FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE
CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

144. BAND

SECHSTES (SCHLUSS-) HEFT

MIT 5 ABBILDUNGEN IM TEXT

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1955

Z.anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie.

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*.

Bis Band 58 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 40535

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 24
Fernsprecher 2440
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

Band 144 — **Inhaltsverzeichnis.** — (Schluß-) Heft 6

Originalabhandlungen. Seite

Nielsch, W., und **G. Böltz,** Versuche zur filterphotometrischen Eisenbestimmung mit Nitrilotriessigsäure. Mit 3 Textabbildungen 401

Wiele, H., Eine Modifikation der Phosphorsäurebestimmung nach der Lorenz-Methode 407

Aaremäe, A., und **G. Assarsson,** Über die Trennung von Molybdän und Wolfram durch Sublimation in Chlorwasserstoffatmosphäre 412

Flaschka, H., und **H. Abdine,** Über die alkalimetrische Schnellbestimmung von Kalium nach Fällung mit Natriumtetraphenyloborat 415

Flaschka, H., und **W. Franschitz,** Über die Anwendung des Indicatorsystems nach Brown und Hayes bei komplexometrischen Titrationen . . 421

Musil, A., und **M. Theis,** Die direkte komplexometrische Bestimmung des Zirkoniums 427

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Warenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus der Versuchsanstalt der Fürstlich Hohenzollernschen Hüttenverwaltung Laucherthal/Hohenzollern.

Versuche zur filterphotometrischen Eisenbestimmung mit Nitrilotriessigsäure.

Von

WALTER NIELSCH* und GERHARD BÖLTZ.

Mit 3 Textabbildungen.

(Eingegangen am 25. Mai 1954.)

Einleitung.

Bei der Überprüfung verschiedener Nachweisreaktionen für Eisen bei der Betriebsschnellanalyse haben wir kürzlich über 2 bewährte Verfahren berichtet[1, 2]. In der zweiten Abhandlung benutzten wir die Äthylendiamintetraessigsäure als farbbildendes Reagens und fanden, daß der entstandene Komplex besonders stabil und somit zur photometrischen Bestimmung geeignet ist. Diese Stabilität resultiert vor allem durch die Chelatbildung des Eisens mit den Carboxylgruppen in koordinativer Beziehung mit den Stickstoffatomen der Äthylendiamintetraessigsäure. Weiterhin sind die beiden Stickstoffatome durch eine Äthylenbrücke miteinander verbunden, so daß 3 jeweils 5gliedrige Ringe vorhanden sind. Es war nun interessant zu untersuchen, wie die Nitrilotriessigsäure, bei der die stabilisierende Wirkung der Äthylenbrücke entfällt, sich zur photometrischen Bestimmung des Eisens eignet.

Versuche und Versuchsergebnisse.

Reagenzien. Alle bei den nachfolgend beschriebenen Versuchen benutzten Reagenzien waren, soweit keine Abweichung angegeben ist, Präparate pro analysi der Firma Riedel-de Haën, Seelze/Hann. bzw. der chemischen Fabrik Siegfried, Zofingen (Schweiz).

Apparatur. Die Durchlässigkeitskurve des Eisen(III)-komplexes der Nitrilotriessigsäure wurde mit einem Spektralphotometer Type M 4 Q der Firma Carl Zeiß, Oberkochen, aufgenommen. Zu den sonstigen Messungen diente, wie in unseren früheren Arbeiten das Filterphotometer, Gerät Elko-II der Firma Carl Zeiß, Oberkochen. Das Gerät wurde hierbei mit dem Quecksilberbrenner, dem UV-Kondensor II und Filter S 38 E benutzt. Die Messungen der p_H-Werte wurde auf elektrometrischem Wege (Röhrenvoltmeter) durchgeführt.

Durchlässigkeitskurve des Komplexes der Nitrilotriessigsäure mit Eisen(III)-Salzen bei p_H *5,5.*

Eisen(III)-Ionen bilden mit Nitrilotriessigsäure (Komplexon I) bei bestimmten p_H-Werten stark gelbgefärbte Komplexe, die zur photo-

* Jetzt: Riedel-de Haën Aktiengesellschaft, Chemische Fabriken, Seelze/Hann.

metrischen Bestimmung des Eisens herangezogen werden können. Die Durchlässigkeitskurve wurde an einer mit Komplexon I-lösung versetzten Eisen(III)-salzlösung aufgenommen, die auf einen p_H-Wert von 5,5 gebracht war. Die in Abb. 1 wiedergegebene Kurve läßt erkennen, daß das Absorptionsmaximum unterhalb 270 mμ liegt. Am zweckmäßigsten würde die Auswertung der Analysenlösungen mit Messungen im UV-Gebiet mit Hilfe eines Spektralphotometers erfolgen. Bei Benutzung eines Filterphotometers ist man daher gezwungen, im ansteigenden Ast der Durchlässigkeitskurve zu messen, wobei die Lichtstrahlung der Quecksilberliniengruppe bei 366 mμ benutzt wurde.

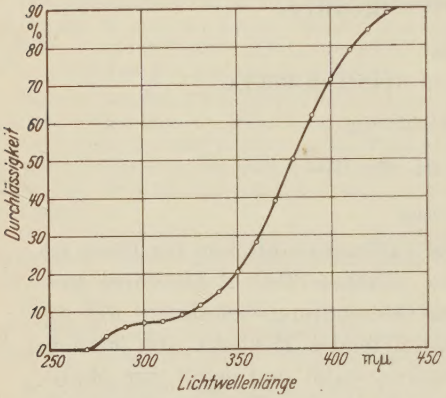

Abb. 1. Durchlässigkeitskurve von Eisen(III)-nitrilotriessigsäure bei p_H 5,5.

Abhängigkeit der Extinktion des Eisen(III)-nitrilotriessigsäurekomplexes vom p_H*-Wert.*

1,00 mg Eisen als Nitrat wurde in einem 100 ml-Meßkolben mit 10 ml 0,1 m Komplexon I-lösung versetzt und mit Natronlauge oder Salpetersäure jeweils auf den in der Tab. 1 angegebenen p_H-Wert eingestellt. Dann wurde zur Marke aufgefüllt und im Elko-II gegen eine entsprechende Blindlösung gemessen, die alle Zusätze, bis auf das Eisen, enthielt.

Tabelle 1.

Abhängigkeit der Extinktion des Eisen(III)-nitrilotriessigsäurekomplexes vom p_H*Wert.* Meßbedingung: Gerät Elko-II mit UV-Kondensor II, Filter S 38 E und Quecksilberbrenner, 1,000 cm-Küvette.

p_H-Wert	Durchlässigkeit %	Extinktionsmodul	p_H-Wert	Durchlässigkeit %	Extinktionsmodul
1,10	94,12	0,0263	5,50	52,47	0,2801
2,10	80,69	0,0932	6,00	52,43	0,2804
2,54	71,50	0,1457	6,60	52,40	0,2807
3,00	65,23	0,1856	7,27	52,45	0,2803
3,33	62,30	0,2055	7,77	52,48	0,2800
3,65	59,38	0,2264	8,20	57,52	0,2402
3,90	56,71	0,2463	8,82	70,88	0,1495
4,49	52,49	0,2799	9,30	86,59	0,0625
4,75	52,45	0,2803	10,00	Eisen fällt aus	

Die Ergebnisse sind in Tab. 1 und Abb. 2 wiedergegeben. Man erkennt, daß die Extinktion zwischen p_H 4,5—7,7 befriedigend konstant ist. Es treten allerdings größere Abweichungen als sonst auf. Normaler-

weise betragen nämlich die Abweichungen nicht mehr als $\pm 0{,}01\%$. Die Ursache der Schwankungen wurde im folgenden untersucht.

Einfluß von verschiedenen Säuren und Puffersalzen auf die Extinktion.

Lösungen, die 1,00 mg Eisen(III) als Nitrat, Sulfat, Bromid oder Chlorid enthielten, wurden mit Natronlauge oder der entsprechenden Säure auf einen p_H-Wert zwischen 5 und 6 gebracht, mit 10 ml 0,1 m Komplexon I-lösung versetzt und zur Marke aufgefüllt. Meßbedingung wie Versuch 1.

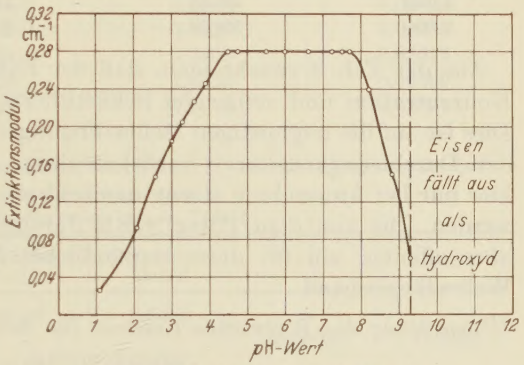

Abb. 2. Abhängigkeit der Extinktion des Eisen(III)-nitrilotriessigsäurekomplexes vom p_H-Wert.

Aus den Ergebnissen der Tab. 2 ersieht man, daß die Extinktion des Komplexes unabhängig von den anwesenden Säureresten, sowie den entsprechenden Puffersalzen ist. Dies deutet darauf hin, daß das Eisen sehr stark komplex gebunden ist und daß somit die abweichenden Werte nicht auf einen Zerfall des Komplexes zurückzuführen sind.

Tabelle 2. *Einfluß verschiedener Anionen bzw. Puffersalze auf die Extinktion des Eisen(III)-nitrilotriessigsäurekomplexes.*

Meßbedingung: wie in Tab. 1. Eisengehalt: 1 mg Fe in 100 ml Lösung.

	p_H-Wert	Durchlässigkeit %	Extinktionsmodul berechnet
Eisen-Sulfat	5,52	52,47	0,2801
Eisen-Chlorid	5,21	52,42	0,2805
Eisen-Bromid	5,28	52,40	0,2807
Eisen-Nitrat	6,00	52,43	0,2804
2 g Weinsäure/ 2 g Natriumtartrat	5,33	52,42	0,2805
6 g Ammoniumacetat in 100 ml	5,81	52,43	0,2804
4 g Natriumacetat/ 2 g Kaliumtetraborat Lösung	5,42	52,39	0,2808

Überprüfung des LAMBERT*schen Gesetzes für den Eisen(III)-nitrilotriessigsäurekomplex.*

Eine Eisensalzlösung, die mit den notwendigen Reagenszusätzen versehen war, wurde in bekannter Weise in verschiedenen Küvetten gemessen.

Tabelle 3. *Überprüfung des* Lambertschen *Gesetzes.*
Meßbedingung: Wie in Tab. 1, jedoch mit verschiedenen Küvetten. Eisenkonzentration 5,0 μg Fe/ml.

Küvette cm	Durchlässigkeit in %	Extinktion berechnet	Extinktionsmodul berechnet
1,000	72,02	0,1426	0,1426
2,000	53,48	0,2718	0,1359
3,000	39,68	0,4014	0,1334

Aus der Tab. 3 ersieht man, daß der Extinktionsmodul bei gleicher Konzentration und steigender Schichtdicke eine fallende Tendenz hat. Dies ist auf die ungünstigen Meßbedingungen am steil ansteigenden Ast der Durchlässigkeitskurve zurückzuführen. Konstante Werte können hier nur bei Anwendung streng monochromatischer Strahlung erwartet werden. Die von dem Filter S38E durchgelassene Strahlung umfaßt aber offenbar ein für diese empfindlichen Messungen noch zu breites Wellenlängenband.

Überprüfung des Beerschen *Gesetzes für den Eisen(III)-nitrilotriessigsäurekomplex.*

Steigende Mengen von Eisen(III)-nitratlösung wurden mit Komplexon I-lösung, sowie einem Natriumacetat-Boratpuffer versetzt und zur Marke aufgefüllt. Tab. 4 zeigt die gewonnenen Ergebnisse.

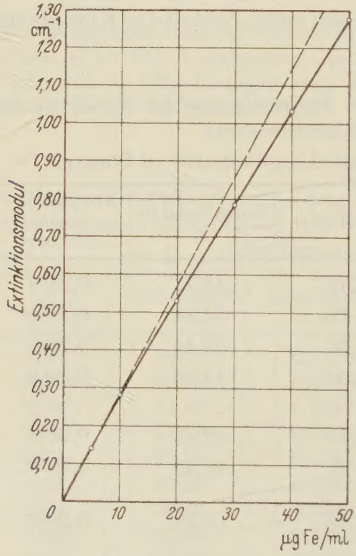

Abb. 3. Eichkurve des Eisen(III)-nitrilotriessigsäurekomplexes.

Die in Tab. 4 zusammengestellten Ergebnisse zeigen, daß die Eichkurve gekrümmt ist (Abb. 3). Um reproduzierbare Werte zu erhalten, ist es nicht möglich mit Faktoren zu rechnen, sondern es muß jeweils eine entsprechende Eichkurve aufgestellt werden.

Die ungünstigen Meßbedingungen an einer steilen Absorptionskante lassen einen Temperatureinfluß auf die Extinktion erwarten. Um dies zu überprüfen, wurde eine Eisen(III)-nitrilotriessigsäurelösung in einer dichtschließenden Küvette rasch auf verschiedene Temperaturen gebracht und im Elko-II gegen eine entsprechende Blindlösung gemessen.

Aus den Meßwerten in Tab. 5 ergibt sich, daß der erwartete Temperatureinfluß vorhanden ist.

Tabelle 4. *Gültigkeit des* BEER*schen Gesetzes für den Eisen(III)-nitrilotriessigsäure komplexes.*
Meßbedingung: wie in Tab. 1.

Eisenkonzentration µg/ml	Durchlässigkeit in %	Extinktionsmodul	Extinktionsmodul µg/ml
5,0	72,02	0,1426	0,02852
10,0	52,45	0,2803	0,02803
20,0	29,38	0,5320	0,02660
30,0	16,38	0,7857	0,02619
40,0	9,29	1,0320	0,02580
50,0	5,28	1,2774	0,02554

Tabelle 5. *Abhängigkeit der Extinktion des Eisen(III)-nitrilotriessigsäurekomplexes von der Temperatur.*
Meßbedingung: wie in Tab. 1.

Meß-temperatur	ΔT	Durchlässigkeit in %	Extinktions-modul	ΔE	$\Delta E/\Delta T$
8		28,20	0,5498		
	10° C			0,0126	0,0013
18		29,03	0,5372		
	2° C			0,0008	0,0004
20		29,08	0,5364		
	2° C			0,0007	0,0003
22		29,13	0,5357		
	40° C			0,0143	0,0003
62		30,00	0,5229		

Untersuchung weiterer Einflüsse auf die Extinktion.

In besonderen Versuchen, auf deren Wiedergabe hier verzichtet werden kann, wurde festgestellt, daß die Extinktion nach Reagenszugabe sofort konstant ist und sich mindestens innerhalb 8 Tagen nicht ändert. Weiterhin wurde festgestellt, daß auch der größtmögliche Überschuß an Komplexon I keinen Einfluß auf die Extinktion ausübt.

Störmöglichkeiten.

Die Nitrilotriessigsäure bildet mit vielen Metallen Verbindungen, die sämtlich wasserlöslich sind. Es können somit durch das Reagens keine Trübungen in der Analysenlösung hervorgerufen werden. Da weitere noch schwächere Komplexbildner wie z. B. Weinsäure die Reaktion nicht stören, ergeben sich vielseitige Anwendungsmöglichkeiten.

Bei der praktischen Analyse werden aus einer Analysenstammlösung 2 aliquote Teile abgenommen und in 2 Meßkolben gegeben. Dann wird in dem Kolben, dessen Lösung als Kompensationslösung verwendet werden soll, das Eisen mit einer pyrophosphorsauren Natriumpyrophosphatlösung (p_H 5,1) getarnt. Beide Lösungen werden nun gepuffert (p_H 4,5—7,7), mit Komplexon I-lösung versetzt und zur Marke aufgefüllt. Die Messung wird wie vorher beschrieben durchgeführt. Der Zusatz des

Tarnmittels (pyrophosphorsaure Natriumpyrophosphatlösung) für die Kompensationslösung muß unbedingt vor dem Komplexonzusatz erfolgen, da beide Komplexe wahrscheinlich gleichstark sind. Gefärbte Ionen wie Cu, Ni, Co, Cr, Mn werden von der Tarnlösung nicht beeinflußt und in die entsprechenden Komplexe der Nitrilotriessigsäure übergeführt. Al, Sn, Zn, Cd, As, Sb, Bi stören nicht, da sie farblos bleiben.

Zusammenfassung.

Es wird gezeigt, daß mit Hilfe von Nitrilotriessigsäure Eisen(III)-verbindungen nach Überführung in eine stark gelbgefärbte Komplexverbindung photometrisch bestimmt werden können. Die Durchlässigkeit dieses Komplexes hat zwar bei 270 mμ sein Durchlässigkeitsmaximum, jedoch lassen sich am aufsteigenden Ast der Durchlässigkeitskurve mit der Quecksilberstrahlung von 366 mμ reproduzierbare Werte messen. Die Extinktion ist bei gleicher Eisenkonzentration vom p_H-Wert abhängig und im p_H-Bereich von 4,50—7,70 befriedigend konstant. Die Färbung des Eisen(III)-komplexonkomplexes ist unabhängig von den Säuren, die zum Lösen der Probe verwendet werden. Auch haben die verschiedensten schwächeren Komplexbildner, wie z. B. Weinsäure und andere Puffersalzgemische einschließlich der Ammoniumverbindungen, die zur Einstellung des p_H-Wertes benutzt werden können, keinen Einfluß auf die Ausbildung der Extinktion. Durch Überprüfung des Beer-Lambertschen Gesetzes wird gezeigt, daß man bei einer Bestimmung mit Eichkurven arbeiten muß. Weiterhin wurde der Temperatureinfluß auf die Extinktion der Lösung, sowie der Einfluß von überschüssiger Komplexon I-lösung untersucht. Zum Vergleich mit den Eisenkomplexen der Äthylendiamintetraessigsäure[2] läßt sich aussagen, daß der Komplex der Nitrilotriessigsäure fast ebenso stabil ist. Die eingebaute Äthylenbrücke und die damit erfolgende Vergrößerung des Moleküls der Äthylendiamintetraessigsäure verschiebt das Absorptionsmaximum in einen Meßbereich, der für das Filterphotometer Elko-II besser geeignet ist. Bemerkenswert ist weiterhin die Feststellung, daß auch der Eisen(III)-Nitrilotriessigsäurekomplex bis p_H 10, also im stark alkalischen Gebiet stabil ist. Das Verfahren ist vielen anderen bekannten Verfahren zur Bestimmung des Eisens durch seine geringe Störanfälligkeit überlegen. Bei Benutzung eines Filterphotometers wird man den Eisen(III)-komplex der Äthylendiamintetraessigsäure bevorzugen, während zur analytischen Verwendung des Eisen(III)-Nitrilotriessigsäurekomplexes zweckmäßig ein Spektralphotometer verwendet wird, welches gestattet, im UV-Gebiet zu messen.

Literatur.

[1] Nielsch, W., u. G. Böltz: diese Z. **142**, 102 (1954); Metall **8**, 374, 866 (1954). — [2] Nielsch, W., u. G. Böltz: Mikrochim. Acta **1954/55**, 481.

Dr. Walter Nielsch, Seelze/Hannover, Hannoversche Str. 33.

Aus der Analytischen Abteilung des Zentrallaboratoriums der Kali-Chemie A. G., Hannover.

Eine Modifikation der Phosphorsäure-Bestimmung nach der Lorenz-Methode.

Von
H. Wiele.

(Eingegangen am 12. November 1954.)

Es ist nicht unbekannt, daß die nach dem Verfahren von v. Lorenz[4] bzw. Neubauer u. Lücker[5] bestimmten Phosphorpentoxydwerte in Phosphaten und Düngemitteln öfters Schwankungen unterliegen. Bereits kleine, mitunter unbewußte Abweichungen in der Verfahrenstechnik während des Analysenganges führen zu Fehlresultaten und nicht immer reproduzierbaren Werten. Spengler[6] hat in sehr eingehenden Arbeiten die Ursachen der Fehler festzustellen versucht, die Fehler selbst konnte er aber in seiner modifizierten Lorenz-Methode nicht ganz beseitigen. Für die Praxis im analytischen Laboratorium ist es jedoch wichtig, der Methode eine Ausführungsvorschrift zu geben, die zuverlässig möglichst fehlerfreie Resultate liefert. Der Hauptnachteil der Lorenz-Methode dürfte in der Tatsache begründet sein, daß der aus der Phosphatlösung nach Fällung mit Molybdänreagens entstehende komplexe Niederschlag sehr unbeständig ist. Nach den umfangreichen Untersuchungen Spenglers gehen in den Niederschlag durch das vorgeschriebene Nachwaschen mit Aceton 5 Mole als Kristallaceton ein. Mit seinem niedrigen Siedepunkt und dementsprechend hohen Dampfdruck ist das Aceton naturgemäß selbst im schwächsten Vakuum in unkontrollierbarer Menge flüchtig. Diesem Umstand trägt bereits die Arbeitsvorschrift für die Untersuchung der Kunstdüngemittel Rechnung, in der es heißt, daß z. B. die Tiegel nach Gerhardt[2] einzeln in kleinen Exsiccatoren abgesaugt werden müssen oder daß sie wie bei Spengler immer in bestimmter Anzahl in einem Exsiccator zusammenstehen sollen. Bei Nichteinhaltung dieser Bedingungen ergeben sich sofort unliebsame Schwankungen in den Endresultaten.

Auch geringe Temperaturerhöhungen und Unterschiede in den Absaugzeiten wirken sich nicht unerheblich auf die Analysenergebnisse aus.

Um zu einer analytisch einwandfreien und immer gut reproduzierbaren Analysenmethode ohne die vorerwähnte hohe Anfälligkeit zu gelangen, war es erforderlich, die wenig kontrollierbaren Einflüsse nach Möglichkeit auszuschalten. Hierbei sollte vor allem das Aceton mit seinem

ungünstigen niedrigen Siedepunkt durch ein organisches Lösungsmittel mit höherem Siedepunkt ersetzt werden. Bereits de Saint-Chamant u. Vigier[1] sowie Tourneux u. Devin[8] haben darauf hingewiesen, daß die Phosphormolybdänsäure außer mit Aceton noch mit einer Reihe anderer, sauerstoffhaltiger organischer Lösungsmittel Molekularverbindungen eingeht, die präparativ dargestellt werden können. Die Autoren beschreiben Versuche mit Butyläther, Methyläthylketon und Butanol. Wegen ihrer teilweise schlechten Wasserlöslichkeit schienen uns aber diese Stoffe als Ersatz des Acetons nicht geeignet. Wir fanden schließlich in dem Dioxan ein sehr zweckmäßiges Reagens. Als doppelter innerer Äther besitzt es infolge seiner Struktur die Möglichkeit, an beiden Sauerstoffatomen in Verbindungen einzutreten, die dann eine verhältnismäßig große Beständigkeit erwarten lassen. Auch der weit über dem Siedepunkt des Acetons liegende Siedepunkt des Dioxans (100,8° C) trägt zweifellos zur Erhöhung der Stabilität der Verbindungen bei.

Bei unseren Versuchen geschah die eigentliche Fällung unverändert mit dem Molybdatreagens nach der v. Lorenzschen Methode. Im Anschluß wurde dann der Niederschlag im Filtertiegel mit Dioxan gewaschen. Von Anfang an war darauf verzichtet worden, eine Trocknung im Vakuum vorzunehmen, da dies keinen Vorteil bedeutet hätte; es wurde vielmehr sofort der Niederschlag bei erhöhter Temperatur im Trockenschrank getrocknet. Hierbei zeigte sich, daß eine Erwärmung über 70° C hinaus eine Zersetzung des Niederschlages bedingte. Bei $^3/_4$stündigem Erhitzen auf 50° C ergaben sich Niederschlagsgewichte, die auch bei einer Verlängerung der Trocknungsdauer um weitere $1^1/_2$ Std nunmehr sehr wenig abnahmen. Dies bewies immerhin die erhebliche Beständigkeit des gebildeten Dioxankomplexes. Aus Zweckmäßigkeitsgründen wurden die nachfolgenden Versuche aber mit Trockentemperaturen von 40° C bei einer Trockenzeit von $1^1/_2$ bis $1^3/_4$ Std durchgeführt. Die erhaltenen Resultate ergaben nur geringe Abweichungen untereinander in den Endwerten.

Schon die ersten Vorversuche hatten gezeigt, daß der für die Lorenz-Methode verwendete Umrechnungsfaktor auf P_2O_5 für die Dioxanmethode keine Gültigkeit besaß. Dies war nicht anders zu erwarten, da ja der Dioxanniederschlag anders zusammengesetzt sein mußte als der Acetonniederschlag. Um den Umrechnungsfaktor für die neue Methode sicher festzustellen, analysierten wir den Dioxanniederschlag und bestimmten darin das Ammoniak nach Kjeldahl, die Phosphorsäure als Magnesiumpyrophosphat, das Kristallwasser nach der Karl-Fischer-Methode, den Kohlenstoff durch Halbmikroverbrennung und den Gesamtglühverlust durch Verglühen bei 450° C. In Tab. 1 sind die gefundenen Werte eingetragen. Hierzu ins Verhältnis gesetzt sind die Werte für den acetonhaltigen Komplex.

Tabelle 1.

	Mol-Gewicht	$(NH_4)_2O$ %	N %	P_2O_5 %	MoO_3 %	Kristall-H_2O %	C %	Aceton %	Dioxan %	Gesamt-Glühverl. %
nach Spengler	17277,43	4,37	2,35	3,29	87,48	2,49 (errechnet)	1,04 (errechnet)	1,68	—	9,23 (errechnet)
gefunden	—	4,34	28,8 Mole 2,33	8 Mole 3,28	—	49,8 Mole 2,59	1,002	—	7,2 Mole 1,83 (errechnet)	9,44
berechnet	34627,46	4,35	29,0 Mole 2,34	8 Mole 3,28	—	50,0 Mole 2,60	0,97	—	7,0 Mole 1,78	9,46

Unter Zugrundelegung der Molekülgröße nach Spengler ergibt sich aus der Analyse für den Dioxanniederschlag ein Gehalt von 3,5 Molen Dioxan und 25 Molen Wasser gegenüber 5 Molen Aceton und 24 Molen Wasser in dem von Spengler erhaltenen Niederschlag. Wir nehmen daher an, daß in dem Dioxankomplex 2 Moleküle Phosphormolybdat mit dem Dioxan als Brückenbildner zusammentreten. Schließt man sich im übrigen der Ansicht von Spengler über den Aufbau des Komplexes an, so kommt man zu folgendem Formelbild:

$$[(NH_4)_3PO_4 \cdot 12\,MoO_3]_8 \cdot [NH_4HMoO_4 \cdot H_2MoO_4]_4 \cdot (NH_4HMoO_4) \cdot 25\,H_2O \cdot$$

$$7 \cdot \left[\begin{array}{cc} & O \\ H_2C & \quad CH_2 \\ | & \quad | \\ H_2C & \quad CH_2 \\ & O \end{array}\right]$$

$$[(NH_4)_3PO_4 \cdot 12\,MoO_3]_8 \cdot [NH_4HMoO_4 \cdot H_2MoO_4]_4 \cdot (NH_4HMoO_4) \cdot 25\,H_2O \cdot$$

Das dieser Formel entsprechende Molekulargewicht beträgt: 34627,46. Hiernach treten 7 Mole Dioxan in den Niederschlag für 10 Mole Aceton ein. Wie man aus Tab. 1 erkennt, stimmt die aus der Formel errechnete Zusammensetzung der Verbindung mit den Analysenergebnissen sehr gut überein. Als Umrechnungsfaktor für das Phosphorpentoxyd errechnet sich aus den obigen Daten der Faktor zu: 0,032797. Tab. 2 (S. 410) zeigt, daß man mit diesem Umrechnungsfaktor in reinen Kaliumphosphatlösungen sehr gut übereinstimmende Werte erhält.

In weiteren Versuchen wurden Phosphatbestimmungen in Rohphosphaten, Rhenaniaphosphaten, Bor-Rhenaniaphosphat und Rhe-Ka-Phos

Tabelle 2.

Angewandt: Reines KH_2PO_4 nach Sörensen mit einem theoretischen Gehalt von: 52,18% P_2O_5.

% P_2O_5 gefunden	Abweichung vom theoretischen Wert
52,09	— 0,09
52,09	— 0,09
52,23	+ 0,05
52,25	+ 0,07
52,27	+ 0,09
52,09	— 0,09
Mittelwert: 52,20	+ 0,04

ausgeführt. In Tab. 3 sind einige Ergebnisse dieser Analysen den nach der Lorenz-Methode erhaltenen Zahlen gegenübergestellt. Wie ersichtlich, ist die Übereinstimmung befriedigend.

Tabelle 3. *Abweichung der Dioxanmethode von der* Lorenz-*Methode.*

Probe	% P_2O_5 gefunden nach v. Lorenz	% P_2O_5 gefunden Dioxan-Methode
Pebble-Phosphat	32,42	32,29
Pebble-M'Zaita-Rohmehl 3 : 1	22,50	22,52
Klinker, citratlöslich	24,80	24,79
Rhe-Ka-Phos 15/18	15,43	15,38
Rhe-Ka-Phos 11/22, citratlöslich	11,73	11,65
Bor-Rhenaniaphosphat	23,11	23,08
Rhenania-Borax-Mischung	25,55	25,48

Dies trifft auch für die Analysenergebnisse eines Standardmusters zu (Tab. 4), das als maßgeblicher Richtwert häufiger mituntersucht wurde.

Tabelle 4.

Probe	% P_2O_5 gefunden nach v. Lorenz	Abweichung vom Mittelwert	% P_2O_5 gefunden Dioxan-Methode	Abweichung vom Mittelwert
Standardmuster citratlösliche P_2O_5	24,15	+ 0,06	24,04	+ 0,01
	24,11	+ 0,02	24,04	+ 0,01
	24,20	+ 0,11	24,06	+ 0,03
	24,07	— 0,02	24,03	± 0
	24,11	+ 0,02	24,04	+ 0,01
	23,98	— 0,11	23,99	— 0,04
	24,01	0,08		
Mittelwert:	24,09	+ 0,11	24,03	+ 0,03
		— 0,11		— 0,04

Die Resultate lassen erkennen, daß nicht nur eine gute und mehr als ausreichende Übereinstimmung mit der Lorenz-Methode erzielt wird, sondern daß nunmehr auch die Fehlerbreite mit der neuen Methode

herabgesetzt werden kann. In Tab. 5 sind nochmals einige Versuchsergebnisse aus der Praxis zusammengestellt; als Vergleich ist zusätzlich die Methode von Terlet u. Briau[7] (St. Gobain-Methode) herangezogen, die als Hauptbestimmungsmethode von der Superphosphatindustrie neben der Methode von Jörgensen[3] anerkannt worden ist [Superphosphat **9**, 161 (1936)].

Tabelle 5.

Probe	Aceton-Methode % P_2O_5	Abweichung	St. Gobain-Methode % P_2O_5	Abweichung	Dioxan-Methode
Florida-Pebble 72/70, Dampfer „Magister-Honold“	32,60 32,81	+ 0,20 + 0,41	32,40	+ 0,20 + 0,16	32,60 32,56
Florida-Pebble Dampfer „Schauenburg“	32,60 32,86	+ 0,23 + 0,49	32,37	+ 0,11 − 0,05	32,48 32,42
M'Zaita-Phosphat	24,62	+ 0,20	24,42	+ 0,17	24,59
Standardmuster	26,38 26,26	+ 0,38 + 0,26	26,00	+ 0,11 + 0,11	26,11 26,11
reines KH_2PO_4 nach Sörensen	52,41 (Mittelwert)	+ 0,26	52,15 (Mittelwert)	+ 0,01	52,16 (Mittelwert)

Abschließend darf gesagt werden, daß die neue modifizierte Bestimmungsmethode eine ausgezeichnete Reproduzierbarkeit, schnelle Ausführbarkeit und geringe Anfälligkeit gegen unbewußte Fehler aufweist. Sie ist der bisher üblichen Arbeitsmethode mit Aceton überlegen.

Arbeitsvorschrift.

Es werden 2,5 g des Phosphates bzw. Düngemittels in einem 250 ml-Stohmann-Kolben eingewogen und entweder mit 5%iger Salpetersäure (Aufschluß bei Gesamt-P_2O_5-Bestimmung) oder mit der Petermannschen Lösung (bei der Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure) bis zur Marke aufgefüllt. Die Kolben werden 2 Std geschüttelt, der Inhalt wird anschließend filtriert. Vom Filtrat werden 10 ml (= 0,1 g Substanz) in ein 250 ml Becherglas abpipettiert, mit 40 ml Salpetersäure-Schwefelsäurelösung versetzt; die Lösung wird bis zum Blasenwerfen erhitzt. Man entfernt dann von der Flamme unter häufigem Umschwenken. In diese Lösung gießt man 50 ml des vorher hergestellten Phosphat-Molybdänreagenses nach v. Lorenz rasch hinein (abgeschlagene Pipette), schwenkt scharf um, läßt einen Augenblick stehen, bis der größte Teil des Niederschlages sich abgesetzt hat, und schwenkt darauf nochmals das Becherglas etwa $\frac{1}{2}$ min um. Nach ungefähr 4–6 Std Stehenlassen wird der Niederschlag durch einen getrockneten und gewogenen Glasfiltertiegel (1G4) filtriert. Ist die über dem Niederschlag stehende Flüssigkeit durchgelaufen, wäscht man mit 2%iger Ammoniumnitratlösung 4–5 mal und bringt den Rest des Niederschlages aus dem Glas quantitativ in den Tiegel. Ist alles übergespült, wird trocken gesaugt. Man füllt den Tiegel anschließend einmal voll und zweimal halbvoll mit Dioxan, rührt den Niederschlag auf und saugt erst langsam, dann scharf ab. Den Tiegel bringt man hierauf zur Trocknung in einen auf 40°C

eingestellten Trockenschrank und beläßt ihn $1^1/_2$–$1^3/_4$ Std darin. Man läßt im Exsiccator über Silicagel erkalten und wägt. Allzulanges Stehen im Exsiccator ist nicht erforderlich und überdies ungünstig. Es ist zweckmäßig, die Auswägung möglichst immer nach gleichen Zeiten auszuführen. Ein Geruch nach Dioxan soll nicht mehr vorhanden sein.

Es ist der Hinweis notwendig, daß bei Verwendung von Salpetersäure-Schwefelsäuregemisch als Lösemittel für die Gesamt-P_2O_5-Bestimmung naturgemäß ein anderer Faktor verwendet werden muß, ähnlich wie dies bei der bisher üblichen Methode nach v. Lorenz auch der Fall war. Die Korrektur des Faktors kann entsprechend der bisherigen Vorschrift vorgenommen werden.

Für die Durchführung der zahlreichen Analysen und die verständnisvolle Mitarbeit sage ich Herrn K. Wolfslast und Frl. K. Wilkening meinen besten Dank.

Zusammenfassung.

Es wird die Methode von v. Lorenz zur Phosphorsäurebestimmung in Phosphaten und Düngemitteln überprüft und gefunden, daß durch die Nachwaschung des Niederschlages mit Dioxan statt Aceton ein stabilerer Niederschlagskomplex gebildet wird. Dieser läßt sich im Trockenschrank gut trocknen und ist nicht von äußeren Einflüssen, wie Temperaturerhöhung, Vakuum, Absaugzeit, abhängig. Es werden die Zusammensetzung des Niederschlages und der daraus berechnete Umrechnungsfaktor angegeben. Die erhaltenen Resultate stimmen mit denen der Lorenz-Methode überein, besitzen aber eine geringere Fehlerbreite.

Literatur.

[1] De Saint-Chamant, H., u. R. Vigier: Bull. Soc. chim. France **1953**, 344. — [2] Gerhardt: Methoden zur Untersuchung der Kunstdüngemittel, 6. Aufl., S. 24. — [3] Jörgensen, G.: diese Z. **46**, 370 (1907). — [4] von Lorenz, N.: Landwirtsch. Versuchsstat. **53**, 183 (1901); vgl. diese Z. **46**, 193 (1907). — [5] Neubauer, H., u. F. Lücker: diese Z. **51**, 161 (1912). — [6] Spengler, W.: diese Z. **114**, 385 (1938); **124**, 241 (1942). — [7] Terlet, H., u. A. Briau: Ann. Falsificat. Fraudes **28**, 546 (1935); vgl. diese Z. **107**, 161 (1936). — [8] Tourneux, C., u. C. Devin: C. R. Acad. Sci. (Paris) **233**, 43 (1951).

Dr. Heinz Wiele, Hannover, Geibelstr. 58.

Aus dem chemischen Laboratorium der Geologischen Landesanstalt Schwedens, Stockholm.

Über die Trennung von Molybdän und Wolfram durch Sublimation in Chlorwasserstoffatmosphäre.

Von

A. Aaremäe und G. Assarsson.

(Eingegangen am 22. November 1954.)

In Handbüchern der analytischen Chemie wird oft eine Sublimationsmethode für die Trennung von Molybdän und Wolfram angeführt, welche sich auf Beobachtungen von Debray[2] und Péchard[4] über

Sublimation von Molybdäntrioxyd in Chlorwasserstoffatmosphäre gründet. Eine ausführliche Beschreibung der Arbeitsmethoden wurde von HOMMEL[3], SPITZIN[5] u. a. gegeben. Diese Methode wurde in Zusammenhang mit Analysen von Scheelit-Powelitserien größtenteils in Mikromengen nachgeprüft. Soweit es den Verf. bekannt ist, ist bis jetzt keine kritische Prüfung der Methode veröffentlicht worden. Da die Erfahrungen der vorliegenden Untersuchung ein allgemeines Interesse haben dürften, wird hier kurz über sie berichtet.

Experimentelles.

Die Molybdän- und Wolframtrioxyde wurden aus reinstem Ammoniummolybdat bzw. Natriumwolframat durch Zerlegung mit Salpetersäure niedergeschlagen, in einem Porzellan- oder Quarzschälchen mit salpetersäurehaltigem Wasser sorgfältig gewaschen, getrocknet und schwach geglüht. Die Oxyde wurden in reinstem verdünntem Ammoniak gelöst und die Lösungen bis zu einer bestimmten Konzentration verdünnt. Geeignete Mengen der reinen Trioxyde wurden aus diesen Lösungen durch Verdampfung rein oder gemischt dargestellt und zur Analyse genommen. Die Sublimation nach HOMMEL[3] wurde in einem Bajonettrohre mit angeschlossenem PÉLIGOT-Rohrchen ausgeführt. Das Bajonettrohr lag in einem Block von Aluminiummetall, so daß die Temperatur der Sublimation genau bestimmt werden konnte (3 C). Das Chlorwasserstoffgas war sorgfältig getrocknet. Nach beendigter Sublimation wurden sowohl das Sublimat als auch der Rest im Schiffchen in üblicher Weise behandelt und gewogen.

Ergebnisse.

Die Ergebnisse der Sublimationsversuche sind in den Tab. 1 und 2 (S. 414) zusammengestellt worden. Aus den Versuchen mit reinem Molybdäntrioxyd (Tab. 1) geht hervor, daß bedeutende Substanzmengen nach vierstündiger Sublimation bei 235 , 245 und 270 C im Rückstand verbleiben. Nach der ersten Sublimation wurde dieser mit einigen Tropfen Salpetersäure befeuchtet, um das entstandene braune Oxychlorid in weißes Oxyd umzuwandeln. Dann wurde aufs neue sublimiert. Dieses Verfahren wurde wiederholt, bis beinahe alles sublimiert war. Es ist ersichtlich, daß die Bildung der Molybdänoxychlorosäure ($H_2MoO_3Cl_2$) nicht besonders schnell verläuft, da die Sublimation erst nach zwölfstündiger Behandlung nahezu vollständig ist, und da die Bildung von schwerflüchtigen Oxychloriden anderer Zusammensetzung (braunes $Mo_2O_3Cl_6$)[1] die Verflüchtigung des Molybdäns stark verzögert.

Die Sublimation von reinem Wolframtrioxyd zeigt, daß dieses Oxyd schon bei 220 C merkbare Mengen abgibt, die bei 245 C etwas anwachsen und bei 270 C von wesentlicher Größe sind (Tab. 1). Auffallend ist, daß die Sublimation des Wolframtrioxydes sich auf beinahe konstante Beträge der Zeiteinheit beläuft.

Von Versuchen mit gemischten Oxyden sollen nur 2 angeführt werden. Die Oxyde wurden dabei im Mengenverhältnis 1 : 1 angewendet (Tab. 2).

Die Bestimmung der Gehalte an den beiden Oxyden in den Sublimaten geschah spektralanalytisch. Die Ergebnisse dieser Versuche stimmen mit denen überein, die für die reinen Oxyde erhalten wurden.

Tabelle 1. *Mehrmalige Sublimation von reinem Molybdän- und Wolframtrioxyd im Chlorwasserstoffstrom.*

MoO_3				WO_3			
Temp. °C	Sublim.-Dauer Std	Sublimiert mg	%	Temp. °C	Sublim.-Dauer Std	Sublimiert mg	%
	Einwaage 85,3 mg				Einwaage 145,0 mg		
235	4	68,2	80,0	220	4	2,0	1,4
	4	13,0	15,2		4	3,6	2,5
	4	3,0	3,5		4	3,7	2,5
	4	0,4	0,5		4	3,8	2,6
Zusammen	16	84,6	99,2	Zusammen	16	13,1	9,0
	Einwaage 153,2 mg						
245	4	82,1	53,6		Einwaage 161,0 mg		
	4	56,9	37,1	245	4	3,3	2,1
	4	12,0	7,8		4	4,6	2,9
	4	1,4	0,9		4	3,9	2,4
Zusammen	16	152,4	99,4	Zusammen	12	11,8	7,4
	Einwaage 161,0 mg						
270	4	138,3	86,0		Einwaage 149,0 mg		
	2	11,5	7,1	270	4	12,8	8,6
	2	7,7	4,8		4	10,3	6,9
	2	2,1	1,3		4	10,7	7,2
	2	0,6	0,4		4	12,0	8,1
Zusammen	12	160,2	99,6	Zusammen	16	45,8	30,8

Tabelle 2.
Mehrmalige Sublimation von MoO_3-WO_3-Gemischen im Chlorwasserstoffstrom.
Angewandt 83,0 mg MoO_3 + 83 0 mg WO_3*.

Temp. °C	Sublim.-Dauer Std	Sublimiert MoO_3 mg	Sublimiert WO_3 mg	Temp. °C	Sublim.-Dauer Std	Sublimiert MoO_3 mg	Sublimiert WO_3 mg
245	2	66,8	0,3	270	2	70,0	0,3
	2	3,3	0,3		2	2,1	0,7
	2	2,1	0,6		2	0,5	4,0
	2	1,8	0,4		2	2,2	2,7
	2	1,4	0,6		2	1,9	2,2
Zusammen	10	75,4	2,2	Zusammen	10	76,7	9,9
(Rückstand		7,9	81,1)	(Rückstand		7,2	69,8)

* Die MoO_3-Gehalte der Sublimate und Rückstände wurden von Dr. V. Muld im spektralanalytischen Laboratorium der Geologischen Landesanstalt spektralanalytisch bestimmt.

Die Sublimationsmethode, welche hauptsächlich durch die Arbeiten von Hommel[3] für analytische Zwecke empfohlen worden ist, könnte ihrer Einfachheit wegen als eine vorzügliche Methode angesehen werden. Doch zeigen die beschriebenen Versuche mit reinen Oxyden, daß Molybdänoxyd nur allmählich verflüchtigt werden kann und daß das schwerflüchtige Oxychlorid $Mo_2O_3Cl_6$ oft in nicht unbedeutenden Mengen zurückbleibt. Das Wolframoxyd andererseits verflüchtigt sich in merkbaren Mengen schon bei 220° C und die Sublimation wird bei 270° C beträchtlich. Es scheint deshalb recht unwahrscheinlich, daß das Sublimationsverfahren zu einer quantitativen Trennung der beiden Oxyde führen könnte. Die früher mit diesem Verfahren ausgeführten und veröffentlichten Versuche sind von zu geringer Anzahl, als daß sie eine einwandfreie Beurteilung erlauben könnten. Die Versuche sind auch nicht ganz zweckmäßig durchgeführt worden. Unsere mit den gemischten Oxyden ausgeführten Versuche zeigen, daß eine befriedigende Trennung von Wolframoxyd und Molybdänoxyd durch die Sublimation nicht zu erreichen ist. Eine zuverlässige Analysenmethode läßt sich also auf dieses Verfahren nicht gründen. Die Methode sollte aus den Vorschriften der analytischen Handbücher ausgeschieden werden.

Zusammenfassung.

Das Verfahren der Trennung von Molybdän und Wolfram durch Sublimation der Trioxyde dieser Elemente in Chlorwasserstoffatmosphäre ist für analytische Zwecke ungeeignet, da das Molybdän sich unvollständig, das Wolfram sich dagegen in merkbaren Mengen bei denselben Temperaturen von 220° bis 270° C verflüchtigt.

Literatur.

[1] Blomstrand, C. W.: J. prakt. Chem. **71**, 465 (1857). — [2] Debray, H.: C. R. Acad. Sci. (Paris) **46**, 1101 (1858). — [3] Hommel, W.: Diss. Zürich 1902. — [4] Péchard, E.: C. R. Acad. Sci. (Paris) **114**, 173 (1892). — [5] Spitzin, V.: diese Z. **75**, 433 (1928).

Dr. G. Assarsson, Geologische Landesanstalt Schwedens, Stockholm 50.

Aus dem medizinisch-chemischen Institut und Pregl-Laboratorium der Universität Graz.

Über die alkalimetrische Schnellbestimmung von Kalium nach Fällung mit Natriumtetraphenyloborat.

Von

H. Flaschka und H. Abdine.

(Eingegangen am 24. November 1954.)

Die von Wittig u. Mitarb.[8, 12, 13] erstmals synthetisierten Salze Tetraphenylborlithium und Tetraphenylbornatrium sind von allen derzeit bekannten Verbindungen zum Nachweis und zur Bestimmung von Kalium

wohl am besten geeignet und wurden von den Entdeckern auch dazu herangezogen. Die zur gravimetrischen Bestimmung ursprünglich angegebene Art der Fällung aus essigsaurem Medium führt zu sehr feinen, schwer filtrierbaren Niederschlägen, die überdies stark zum Kriechen neigen. Außerdem wird bei dieser Fällungsart die Abtrennung gewisser störender Ionen notwendig. Auf die Möglichkeit, diese durch Äthylendiamintetraessigsäure zu maskieren, hat erstmals Flaschka[1] hingewiesen. Die praktische Verwendung des Verfahrens hat Berghoff[1] mitgeteilt, wobei allerdings in alkalischem Medium gearbeitet werden muß, was die Beschaffenheit der Niederschläge keineswegs verbessert. Gut filtrierbare Niederschläge erhält man nach Zusatz von etwas Aluminiumchlorid oder -nitrat nach Rüdorff u. Zannier[9], wonach eine Auswaage der Niederschläge allerdings nicht mehr in Frage kommt. Die genannten Autoren haben daher auch eine argentometrische Bestimmung ausgearbeitet und in mehreren Mitteilungen über verschiedene Modifikationen des Verfahrens berichtet[9, 10, 11].

Die beste Art der Fällung ist wohl die nach Kohler[7], der aus 0,1 n mineralsaurer Lösung fällt und hierbei sehr grobe, überaus leicht filtrierbare Niederschläge erhält. Die Methode gestattet überdies in Gegenwart einer Reihe von Begleitmetallen störungsfrei zu arbeiten.

Geilmann u. Gebauhr[2], die auf radiometrischem Wege die Kaliumbestimmung mittels Tetraphenyloborat genau untersucht haben, ziehen wegen der Gefahr einer Zersetzung die Fällung aus essigsaurem Medium vor. Wie jedoch die Werte von Kohler zeigen, und auch in der vorliegenden Arbeit bestätigt werden konnte, ist die durch starke Säuren bewirkte Zersetzung so langsam, daß sie innerhalb der Zeit zwischen Fällung und Filtration keine Fehler verursachen kann. Auch Rüdorff u. Zannier haben die Kohlersche Fällung akzeptiert, denn in der Arbeitsvorschrift einer jüngst erschienenen Arbeit heißt es[11]: „Reicht die Acidität der Lösung, die keinesfalls 0,1 n überschreiten darf, noch nicht aus, um ein schnelles Zusammenballen des Niederschlages zu bewirken, so setzt man einige Kubikzentimeter einer etwa 0,2 n $Al(NO_3)_3$-Lösung zu."

Außer der Rüdorffschen Titrationsmethode über den Umweg einer argentometrischen Bestimmung haben auch Flaschka u. Mitarb.[5] ein maßanalytisches Verfahren veröffentlicht. Dieses beruht auf der Titration der bei der Umsetzung von Tetraphenylborkalium mit Quecksilber(II)-chlorid freiwerdenden Säure. Die Reaktion wurde bereits von Wittig u. Mitarb.[12, 13] mitgeteilt:

$$K[B(C_6H_5)_4] + 4\,HgCl_2 + 3\,H_2O \rightarrow 4\,C_6H_5HgCl + KCl + 3\,HCl + H_3BO_3.$$

Das Verfahren ist allerdings nur im Mikromaßstab erprobt worden und gibt bei der Bestimmung sowohl von Kalium[5] als auch von organischen N-haltigen Basen[6] wegen des günstigen Unrechnungsfaktors und des überaus scharfen Endpunktes sehr gute Werte.

Es schien daher durchaus lohnenswert, die Anwendungsmöglichkeit dieser Methode bei größeren Kaliummengen zu studieren und durch Kombination mit dem KOHLERschen Fällungsverfahren zu einer einfachen, verläßlich und genau arbeitenden Schnellmethode zu gelangen, die insbesondere bei Serienanalysen gut verwendbar sein sollte. Wie die vorliegende Arbeit zeigt, war dem Vorhaben Erfolg beschieden, wobei die Anwendung aller bisher bezüglich der Kaliumfällung gemachten Erfahrungen nutzbringend und erleichternd war.

Reagenzien.

0,100 n Salzsäure wurde aus Titrisolampullen „Merck" hergestellt.

0,1 n Natronlauge wurde durch Einwaage von 4 g NaOH und Lösen zu 1 Liter bereitet. Der Titer der Lauge wurde in gleicher Weise, wie die Titration später durchgeführt wird (siehe unten), gegen die Säure mit Methylrot als Indicator gestellt.

Fällungsflüssigkeit: 1,2%ige Lösung von Natriumtetraphenyloborat in Wasser. Man löst 1,2 g Natriumtetraphenyloborat in 100 ml destilliertem Wasser, setzt etwa 0,5 g Aluminiumoxyd (alkalifrei) zu, schüttelt gut um und filtriert nach 5 min durch Sch. & Sch. 595. Anfangs trübe durchgehende Anteile werden erneut aufs Filter gegossen[7] (vgl. hierzu die Untersuchungen von GLOSS und OLSON[3]).

Waschflüssigkeit: Ein Teil Fällungsreagens wird 1 : 10 mit destilliertem Wasser verdünnt. Die Verwendung von mit Tetraphenylborkalium gesättigtem Wasser als Waschflüssigkeit[7] erübrigt sich, da die Konzentration von 0,1 –0,2% Natriumtetraphenyloborat gegen das Auflösen des Niederschlages ausreichenden Schutz bietet (GEILMANN und GEBAUHR[2]). Der Zusatz von Essigsäure zur Waschflüssigkeit unterbleibt wegen der acidimetrischen Titration.

Aceton; gesättigte wäßrige Lösung von Quecksilber(II)-chlorid; 10%ige wäßrige Kaliumjodidlösung. Die drei letztgenannten Reagenzien brauchen keineswegs von höchstem Reinheitsgrad sein. Es ist lediglich darauf zu achten, daß das Aceton bzw. die Salzlösungen absolut neutral sind. Zur Prüfung versetzt man etwas von der Quecksilberchloridlösung mit Kaliumjodid im Überschuß und fügt etwas Methylrot bei. Sowohl 0,1 n Säure als auch 0,1 n Lauge müssen sofortigen Umschlag bewirken.

0,2%ige Methylrotlösung in Äthanol.

Konzentrierte Salzsäure p. a.

Arbeitsvorschrift für Mengen von 2—10 mg Kalium.

Die neutrale Probelösung wird mit destilliertem Wasser nötigenfalls auf ein Volumen von 40—60 ml gebracht und mit 0,5 ml konzentrierter Salzsäure versetzt. Unter gutem Rühren mit einem Glasstab läßt man 10 ml Reagenslösung langsam einfließen und filtriert nach wenigstens 5 min Stehen unter Saugen durch einen A 2-Porzellansintertiegel. Man wascht mit 2—3 Portionen Waschflüssigkeit zu je etwa 3 ml nach, wobei man auf die restlose Entfernung des Niederschlages aus dem Fällungsgefäß keinen Wert zu legen braucht. Zuletzt wäscht man mit 2 - 3mal etwa 1 –2 ml destilliertem Wasser. Beim gesamten Waschprozeß achte man darauf, daß vor dem Aufgießen der nächsten Portion die vorherige restlos abgesaugt ist. Die Saugflasche (etwa 200 ml Volum) wird nun nach Verwerfen des klaren (!!) Filtrates gut ausgewaschen und mit 5 ml gesättigter Quecksilberchloridlösung beschickt, wonach man Tulpe mit Tiegel wieder aufsetzt. In den Filtertiegel bringt man etwa 5 ml Aceton und beschleunigt das an sich sehr rasche Lösen des Niederschlages durch Rühren mit dem Glasstab. Ist aller Niederschlag gelöst, saugt man ab. Die acetonische Lösung des Tetraphenylborkaliums reagiert in der Flasche sofort mit dem

Quecksilberchlorid, wobei sich dichte Flocken von Phenylquecksilberchlorid ausscheiden (bei geringen Kaliummengen kann die Ausscheidung unterbleiben). Man wäscht nun mit 2 Portionen von 3–5 ml Aceton nach und sorgt durch Drehen der Filtrationsvorrichtung dafür, daß auch die Wand der Tulpe vollkommen abgespült wird. Sodann spült man mit 2mal etwa 10 ml destilliertem Wasser nach und dreht auch hierbei zur Reinigung der Glaswand der Tulpe. Nunmehr überführt man den trüben Inhalt der Saugflasche quantitativ in das Fällungsgefäß, wobei zweckmäßig mit mehreren kleinen Portionen Wassers gewaschen wird, um ein unnötiges Anschwellen des Flüssigkeitsvolumens zu vermeiden. Aus der Natronlaugebürette läßt man ungefähr 10 ml in die Lösung einfließen und erhitzt bis zum beginnenden Sieden. Sodann wird vom Feuer genommen und mit etwa 5 ml der Kaliumjodidlösung versetzt. Nach Zugabe von Methylrot titriert man mit Salzsäure auf Rosa. Durch erneute Zugabe von etwas Kaliumjodid überzeugt man sich davon, daß genügende Mengen dieses Reagenses anwesend sind. War zu wenig davon vorhanden, so schlägt das Rosa nach Gelb zurück um. Man bringt mit Salzsäure auf Rot, das gegen Kaliumjodidzusatz beständig sein muß, setzt 1–2 ml Salzsäure im Überschuß zu, erhitzt kurz zum Sieden, um Kohlendioxyd auszutreiben und titriert mit Natronlauge auf rein Gelb.

Berechnung: $(V_{NaOH} \cdot F - V_{HCl}) \cdot 1{,}3032 = \text{mg Kalium}$.

Hierin bedeuten V_{NaOH} und F die verbrauchten ml 0,1 n Natronlauge und deren Faktor. V_{HCl} sind die verbrauchten ml 0,100 n Salzsäure.

Arbeitsvorschrift für 10—20 mg Kalium.

Die Analyse wird in einem Probenvolum von etwa 100 ml genau so durchgeführt wie oben angegeben, alle Reagenszusätze sind zu verdoppeln.

Bemerkungen zur Arbeitsvorschrift.

Bei Anwesenheit von viel freiem Quecksilberchlorid tritt nach Zusatz der Lauge oftmals eine Braunfärbung auf. Dies ist für die Analyse ohne Bedeutung. Die Färbung verschwindet bei der Zugabe von Kaliumjodid wieder.

Die durch die Hydrolyse von Quecksilberchlorid verursachte Störung einer acidimetrischen Titration kann durch Zusatz von Natriumchlorid oder Kaliumthiocyanat behoben werden. Hier muß jedoch Kaliumjodid verwendet werden, da dieses Reagens nicht nur zur Ausschaltung des überschüssigen Quecksilberchlorides dient, das in den Komplex HgJ_4^{2-} übergeführt wird, sondern auch mit dem Phenylquecksilberchlorid reagiert. Es wurde schon seinerzeit die Vermutung ausgesprochen[5], daß sich hierbei die schwerer lösliche Jodidverbindung bildet. Daß eine solche entsteht, läßt sich durch folgenden Handversuch erhärten. Es wurde etwas Phenylquecksilberchlorid abfiltriert, ausgewaschen und in Wasser suspendiert. Nach Aufkochen und Abkühlen wurde erneut filtriert. Das an Phenylquecksilberchlorid gesättigte Filtrat ergibt mit einigen Tropfen Kaliumjodidlösung eine deutlich erkennbare Trübung.

Es ist natürlich möglich, die Kaliumjodidzugabe so vorzuschreiben, daß die zugefügte Menge einen ausreichenden Überschuß bedeutet. Da aber gerade dieser Punkt die Kostenfrage bei Serienanalysen berührt,

wurde von solch einer Vorschrift Abstand genommen und der sparsamere Weg über die Prüfung des Zusatzes durch Rücklauf des Methylrotumschlages gewählt.

Es wurde auch versucht, die Natronlauge mittels Pipette (genau 10,00 ml) zuzusetzen und die Bestimmung durch Rücktitration mit Säure auf rein Rot zu beenden. Man erhält damit nur dann einwandfreie Resultate, wenn der Laugenüberschuß nicht zu groß war. Andernfalls wird Kohlendioxyd in solchen Mengen absorbiert, daß der Methylrotumschlag bereits beeinflußt wird. Man erhält dann Überwerte bis zu 0,3 mg Kalium. Versuche mit Indicatoren zu arbeiten, die bei niedrigerem p_H-Wert umschlagen, haben keinen Erfolg gebracht, da der Umschlag sehr schlecht ist. Methylrot schlägt jedoch auch bei sehr großen Volumina (bis zu 100 ml und darüber) auf einen Tropfen genau um.

Die Menge an Fällungsreagens ist so berechnet, daß bei Vorliegen der Höchstmenge an Kalium in der überstehenden Lösung die von Geilmann u. Gebauhr[2] als zur quantitativen Fällung nötig erkannte Mindestkonzentration von 0,1—0,2% an Tetraphenylbornatrium eingestellt bleibt.

Die Niederschläge sollen bis zur Filtration nicht länger als 30—45 min stehen, andernfalls treten zunehmend größere Minderwerte auf.

Tabelle 1. *Bestimmung von Kalium mittels acidimetrischer Titration nach Fällung als Tetraphenylborkalium.*

mg Kalium			Fehler
gegeben	gefunden	Differenz	%
2,49	2,48	— 0,01	— 0,40
4,45	4,42	— 0,03	— 0,67
5,44	5,37	— 0,07	— 1,29
	5,46	+ 0,02	+ 0,37
	5,40	— 0,04	— 0,73
5,48	5,48	± 0,00	± 0,00
7,09	7,06	— 0,03	— 0,42
7,58	7,62	+ 0,04	+ 0,53
9,70	9,70	± 0,00	± 0,00
	9,63	— 0,07	— 0,72
10,87	10,90	+ 0,03	+ 0,28
	10,85	— 0,02	— 0,18
14,95	15,08	+ 0,13	+ 0,88
16,31	16,34	+ 0,03	+ 0,18
16,32	16,24	— 0,08	— 0,49
16,40	16,48	+ 0,08	+ 0,49
17,35	17,17	— 0,18	— 1,04
19,17	19,18	+ 0,01	+ 0,05
	19,21	+ 0,04	+ 0,21

Über die nach der beschriebenen Methode erhaltenen Werte gibt Tab. 1 Aufschluß. Setzt man quantitatives Arbeiten, das heißt

vollständige Fällung und restlosen Überführen zur Titration voraus, bzw. nimmt man Kompensation möglicher Fehler an[2], so ergibt sich aus der Titrationsgenauigkeit, von etwa $\pm 0{,}05$ ml 0,1 n Säure und Lauge eine Fehlergrenze von etwa $\pm 0{,}06$ mg Kalium. Diese wird jedoch nur selten erreicht oder überschritten. Es ist unschwer mit einer Genauigkeit unter 1% zu arbeiten. Die Dauer einer Analyse beträgt etwa 20—30 min. Die für eine Analyse zu veranschlagende Zeit vermindert sich bei Serienanalysen beträchtlich. Es können in 1 Std unschwer 6—8 Analysen erledigt werden. Wie man aus Vergleich der beiden Gruppen von Analysen nach Vorschrift 1 und 2 ersieht, bietet das Vorliegen größerer Kaliummengen keinen Gewinn an prozentualer Genauigkeit, worauf schon Geilmann u. Gebauhr[2] hingewiesen haben.

Der Anwendung des Titrationsverfahrens auf andere mit Tetraphenylbornatrium fällbare Ionen, wie etwa organische, N-haltige Basen, steht nichts im Wege.

Zusammenfassung.

Durch Kombination des Kohlerschen Fällungsverfahrens von Tetraphenylborkalium aus mineralsaurer Lösung mit der acidimetrischen Bestimmung des Tetraphenylbor-Ions nach Flaschka u. Mitarb. erhält man eine hoch selektive, sehr rasche und genaue Methode zur Bestimmung von Kalium. Eine Analysenvorschrift zur Anwendung bei Serienanalysen wird mitgeteilt. Die Bestimmungen sind leicht mit einer Genauigkeit von 1% oder besser auszuführen.

Herrn Dr. H. Büechl, Fa. Heyl u. Co, Hildesheim, der diese Arbeit angeregt hat, sei auch an dieser Stelle für die Überlassung von „Kalignost" herzlichst gedankt.

Literatur.

[1] Berghout, H. W.: Chem. Weekblad **48**, 909 (1952); vgl. diese Z. **140**, 61 (1953). — [2] Geilmann, W., u. W. Gebauhr: diese Z. **139**, 161 (1953). — [3] Gloss, G. H., and B. Olson: Chemist-Analyst **43**, 70 (1954). — [4] Flaschka, H.: diese Z. **136**, 99 (1952). — [5] Flaschka, H., A. M. Amin u. A. Holasek: diese Z. **138**, 241 (1953). — [6] Flaschka, H., A. Holasek u. A. M. Amin: Arzneimittel-Forsch. **4**, 38 (1954). — [7] Kohler, M.: diese Z. **138**, 9 (1953). — [8] Raff, P., u. W. Brotz: diese Z. **133**, 241 (1951). — [9] Rüdorff, W., u. H. Zannier: diese Z. **137**, 1 (1953). — [10] Rüdorff, W., u. H. Zannier: diese Z. **140**, 241 (1953). — [11] Rüdorff, W., u. H. Zannier: Angew. Chem. **66**, 638 (1954). — [12] Wittig, G., G. Keicher, A. Reichert u. P. Raff: Liebigs Ann. Chem. **563**, 114, 118, 126 (1949). — [13] Wittig, G., u. P. Raff: Liebigs Ann. Chem. **573**, 195 (1950).

Priv. Doz. Dr. H. Flaschka, Graz, Schillerplatz 9.

Aus dem Institut für anorganische Technologie und analytische Chemie
der Technischen Hochschule Graz.

Über die Anwendung des Indicatorsystems nach Brown und Hayes bei komplexometrischen Titrationen.

Von
H. Flaschka und W. Franschitz.

(Eingegangen am 8. Dezember 1954.)

Die Äthylendiamintetraessigsäure (Komplexon) bildet mit fast allen mehrwertigen Kationen leicht wasserlösliche, innere Komplexverbindungen von beträchtlicher Stabilität. Dieser Mangel an Selektivität gestattet zwar einen umfangreichen Einsatz von Komplexon als Titrationsmittel, führt aber zu Schwierigkeiten, wenn mehrere Kationen in einer Lösung vorhanden sind. Wir sind im Besitze von Möglichkeiten, durch geeignete Wahl der Titrationsbedingungen eine oft nicht unbeträchtliche Steigerung der Selektivität zu erzielen, wie z. B. durch Gebrauch zusätzlicher Komplexbildner, um einen Teil der anwesenden Ionen zu maskieren, oder durch das Einstellen eines bestimmten Titrations-p_H-Wertes. Wie die Bildungsgleichung der Komplexonate zeigt

$$Me^{m+} + H_2Y^{--} \leftrightharpoons [MeY]^{(m-4)} + 2\,H^+$$

erfolgt mit sinkendem p_H-Wert eine Verschiebung des Gleichgewichtes nach links, das heißt die Komplexe werden mehr und mehr aufgelockert und die Menge des freien Metall-Ions steigt an. Die Menge an freiem Metall-Ion ist aber nicht nur eine Funktion des Säuregrades der Lösung, sondern wird auch durch die Stabilität des Komplexes mitbestimmt. Je höher die Stabilitätskonstante eines Metallkomplexonates ist, desto mehr Säure muß zugegeben werden, um einen bestimmten Dissoziationsgrad des Komplexes zu erreichen. So ist bei p_H 2–3 das Komplexonat des Magnesiums mit K $\approx 10^{8,7}$ nahezu vollständig dissoziiert, während Eisen(III) mit einem K-Wert[9] von $10^{25,1}$ praktisch vollständig gebunden ist. Dies ermöglicht die Titration des Eisens neben Magnesium (und fast allen sonst üblicherweise neben ihm vorkommenden Metallen).

Der praktischen Anwendung der p_H-Abhängigkeit der Komplexgleichgewichte zur Erzielung einer Selektivierung steht jedoch ein gewisser Mangel an geeigneten Indicatoren entgegen. Soweit man Metallindicatoren bei komplexometrischen Titrationen verwendet, ist man, da die Indicatorgleichgewichte ebenfalls p_H-abhängig sind, auf das Arbeiten in bestimmten p_H-Bereichen angewiesen, die vielfach im Alkalischen liegen.

Sieht man von den Eisenindicatoren ab, so haben wir nur im Jodid[10] und Thioharnstoff[3] für Wismut und im Alizarin S für Thorium[4] Indicatoren, die unterhalb von p_H 5 arbeiten. Auf Wismut und Thorium spricht im sauren Gebiete auch Brenzcatechinviolett[5, 11] an. Eine gewisse Erweiterung der Möglichkeiten läßt sich durch die Endpunktsanzeige mit physikalischen Methoden erzielen. So können einige Metall-Ionen im sauren Gebiete bestimmt werden, indem man einen Komplexonüberschuß mittels eingestellter Eisen(III)-Maßlösung potentiometrisch zurücktitriert[7]. Für gewisse Metall-Ionen eignet sich auch eine Titration mit spektralphotometrischem Endpunkt im sauren Milieu[8, 12, 13]. Der apparative Aufwand solcher Titrationsverfahren sowie ihr erhöhter Zeitbedarf ließen jedoch den Wunsch nach einfacher visueller Indication auch weiterhin offen.

Brown und Hayes[2] haben für die komplexometrische Titration von Zink bei p_H 5 ein Indicatorsystem angegeben und damit die Bestimmung von Zink auch neben beträchtlichen Mengen von Magnesium möglich gemacht. In einer Lösung, die Eisen(III)- und Eisen(II)-cyanid-Ion enthält, steigt nach Zugabe einer Spur von Zink das Redoxpotential stark an, da Zinkcyanoferrat(II) gebildet wird. Zur Anzeige dieses Potentialsprunges läßt sich das von Belcher und Mitarb.[1] als Redoxindicator eingeführte 3,3′-Dimethylnaphthidin besonders gut verwenden. Die Substanz wird in eine tief violett gefärbte, oxydierte Form übergeführt. Setzt man zu solch einer Lösung etwas Komplexon zu, so wird das an das Cyanoferrat(II) gebundene Zink ins Komplexonat übergeführt, das Cyanoferrat(II) wird wieder frei, das Redoxpotential sinkt und in der Lösung findet ein Farbwechsel von Violett nach Gelb [Farbe des Cyanoferrates(III)] statt. Für die Empfindlichkeit, mit der das Indicatorsystem anspricht, ist kennzeichnend, daß der Eisen(II)-cyanidgehalt des verwendeten Kaliumcyanoferrates(III) im Betrag von 0,005% bereits genügt, um den Indicator zum Spielen zu bringen.

Die von Brown und Hayes mitgeteilte Art der direkten Titration von Zink mit Komplexon hat den Nachteil, daß gegen Ende der Bestimmung sehr langsam gearbeitet werden muß, da die Reaktion zwischen Zinkcyanoferrat(II) und Komplexon nur äußerst träge vonstatten geht. Außerdem wird der Indicatorumschlag, wie im Laufe unserer eigenen Untersuchungen festgestellt wurde, durch Kupferspuren gestört, da das einmal gebildete Kupfercyanoferrat(II) mit Komplexon kaum mehr reagiert.

Es wurde daher die inverse Titration, d. h. Zurückmessen eines Komplexonüberschusses mit eingestellter Zinkmaßlösung erprobt. Man kann hierbei nahe dem Endpunkt mit üblicher Geschwindigkeit titrieren und ist unabhängig von Kupferspuren, da diese bereits als Komplexonat vorliegen. Außer Zink kann auch eine Reihe von anderen Metallen bestimmt

werden und das bei p_H 5, wo die Erdalkalikomplexonate bereits so schwach sind, daß sie auch dann keine Störungen verursachen, wenn beträchtliche Mengen davon anwesend sind.

Lösungen und Reagenzien.

0,100 m Komplexonmaßlösung: 37,22 g Komplexon III (Fa. Siegfried, Zofingen, Schweiz) werden zu 1 Liter in bidestilliertem Wasser gelöst.

0,100 m Zinkmaßlösung: 6,538 g granuliertes Zink (Merck, p. a.) werden eingewogen, in Salzsäure gelöst und nach Abrauchen des Säureüberschusses mit bidestilliertem Wasser zu 1 Liter aufgefüllt.

Salzlösungen verschiedener Metalle werden durch Auflösen von p.a.-Präparaten hergestellt und ihr Gehalt gravimetrisch oder komplexometrisch nach bekannten Verfahren bestimmt.

Puffer p_H 5: 27,22 g krist. Natriumacetat und 60 ml 1 n Salzsäure werden mit bidestilliertem Wasser zu 1 Liter gelöst. 1%ige wäßrige Lösung von Kaliumcyanoferrat(III) ist täglich frisch zu bereiten.

3.3'-Dimethylnaphthidin (British Drug Houses Co., Dorset, England) wird 1%ig in Eisessig unter gelindem Erwärmen gelöst.

0,1%ige Tropäolin 00-Lösung in Wasser.

Die Indicatorkorrektur.

Bei der Rücktitration des Komplexonüberschusses bedarf man zur Fällung (der Niederschlag bleibt kolloidal gelöst) des Zinkeisen(II)-cyanides eines kleinen Mehrbetrages über den stöchiometrischen Wert hinaus. Dieser Überschuß hängt von der Temperatur und dem Volumen der Titrationsflüssigkeit ab und wird als Indicatorkorrektur in Rechnung gestellt. Temperaturänderungen in den üblichen Abweichungen von der Raumtemperatur spielen keine Rolle. Das Titrationsvolumen kann unschwer durch geeignete Verdünnung auf einen konstanten Betrag gebracht werden, so daß diese Korrektur niemals nennenswerten Schwankungen unterliegt. Beim Arbeiten mit 0,1 m Lösungen ist sie für ein Titrationsvolum von etwa 100 ml 0,05 ml und bei 150 ml 0,06 ml Zinkmaßlösung. Der Betrag ist vom Verbrauch an Zinklösung abzuziehen.

Die Größe der Korrektur hängt etwas von der Farbe ab, auf die man die Lösung titriert. Es empfiehlt sich daher, die Korrektur, auf eine bestimmte Farbtiefe titrierend, selbst zu bestimmen. Hierzu führt man einige Titrationen aus und stellt den berechneten Zinkverbrauch dem tatsächlich gefundenen gegenüber.

Allgemeine Arbeitsvorschrift (Zn, Cd, Cu, Ni, Pb)

Die annähernd neutralisierte Probelösung wird auf etwa 100 ml Volumen gebracht und mit 10 ml Puffer versetzt. Sodann fügt man einen gemessenen Komplexonüberschuß und je 1 Tropfen Kaliumcyanoferrat(III)- und Naphthidinlösung zu. Unter gutem Umschwenken titriert man nunmehr mit Zinkmaßlösung zurück, bis ein leichter violetter Farbton in der Lösung auftritt. Gegen Ende der Titration verfährt man etwas langsamer. Die Farbe vertieft sich beim Stehen. Man liest die Komplexon- und Zinkbürette ab, läßt etwas Komplexonlösung zufließen, wartet, bis die Lösung wieder ausgebleicht ist, und titriert erneut auf violett. Es wird wieder abgelesen und der Vorgang nochmals wiederholt. Man mittelt die 3—4 Ablesungen jeder Bürette und nimmt die Mittelwerte als Grundlage zur Berechnung. Durch dieses Vorgehen wird der Ablese- und Tropfenfehler wesentlich verringert.

Berechnung. $[V_k \cdot M_k - (V_z - I) \cdot M_z] \cdot A = mg$ Metall. Hierbei bedeuten V_k und V_z die gemittelten Volumina verbrauchter Komplexon- und Zinklösung, M_k und M_z sind die Molaritäten der Lösungen, I ist die Indicatorkorrektur und A das Atomgewicht des betreffenden Metalles.

Bemerkungen. Bei farblosen Metall-Ionen geht der Umschlag nach rein Violett. Für Kupfer und Nickel, deren Komplexonate blau gefärbt sind, treten Umschläge nach den Mischfarben auf, das ist für Kupfer nach Blau und für Nickel von Grau oder Graublau nach Blauviolett. Die Farben hängen von den Mengen vorhandenen Metalles ab, sind aber genau so wie das Violett bei den anderen Kationen auf einen Tropfen genau zu erkennen.

Arbeitsvorschrift für Eisen.

Um zu vermeiden, daß Eisenhydroxyd ausfällt, wird der Komplexonüberschuß zur sauren Probelösung zugesetzt. Nun bringt man mit verdünntem Ammoniak zum Umschlag von gelb nach braun, was durch die Bildung eines Hydroxokomplexonates bewirkt wird. Sodann setzt man Puffer zu, wobei die Lösung wieder rein gelb wird, und verfährt wie oben angegeben weiter.

Arbeitsvorschrift für Aluminium.

Die Bestimmung des Aluminiums ist nur möglich, wenn es gelingt, das Aluminium quantitativ in den Komplexonkomplex einzubauen. Dies läßt sich, wie Milner und Woodhead[6] gezeigt haben, durch Erhitzen der Lösung bewirken. Anderenfalls bleibt ein bestimmter Betrag an Aluminium ungebunden und Unterwerte sind die Folge. Die genannten Autoren haben die Bestimmung des Aluminiums durch Rücktitration eines Komplexonüberschusses mit Eisenmaßlösung bei p_H 6 und Salicylsäure als Indicator studiert. Allein bei p_H 6 sind Erdalkalien nicht mehr ganz ohne Einfluß, so daß die Anwendung des hier vorgeschlagenen Titrationsverfahrens eine Erweiterung in der Anwendung von Komplexon bringt.

Die saure Probelösung wird unter gutem Schwenken mit verdünntem Ammoniak gegen (wenig!) Tropäolin 00 von Rot auf Rosa gebracht; p_H 2 soll nicht überschritten werden! Nun setzt man Komplexon im Überschuß zu und erhitzt. Man hält etwa 2 min am Sieden, um die vollständige Bildung des Aluminiumkomplexonates zu bewirken. Man kühlt ab, setzt reichlich Puffer zu, um p_H 5 sicher zu erreichen (Kontrolle mit p_H-Papier!), und verfährt nach Zugabe von Indicator wie oben angegeben. Der Umschlag erfolgt von rein gelb nach bräunlich zwiebelfarben und ist sehr scharf. Es soll nicht zu viel Tropäolin für die Neutralisation zugesetzt werden, um den Umschlag nicht zu verschleiern.

Diese Vorschrift ist auch zu verwenden, wenn man die Summe Eisen + Aluminium bestimmen will.

Wie die Tab. 1 bis 7 zeigen, liegt die Genauigkeit der Titrationen innerhalb der üblichen Grenzen von ± 0,02—0,03 ml. Durch Anwesenheit von Erdalkalien werden die Bestimmungen nicht gestört. Es scheint besonders wesentlich, daß man mittels dieses Titrationsverfahrens die Summe Fe + Al bestimmen kann, was für die Silicatanalyse von Bedeutung ist. In einem anderen aliquoten Teil der Probe kann Eisen allein bestimmt werden und es ergibt sich dann das Aluminium aus der Differenz.

Auch andere Metalle lassen sich nach dem Verfahren bestimmen, sofern sie eine genügend hohe Komplexkonstante haben und nicht durch Redoxvorgänge den Indicatorumschlag stören. Mangan mit einem K-Wert[9] von $10^{14,0}$ wird nur zu etwa 50% erfaßt und kann nicht bestimmt werden. Es stört, wenn größere Mengen davon vorhanden sind, auch die Bestimmung anderer Metalle. Kobalt reagiert mit dem Redoxsystem, kann nicht titriert werden und stört die Bestimmung der anderen Metalle ebenfalls.

Tabelle 1. *Bestimmung von Zink.*

mg Zink			ml 0,100 m Komplexon-Lösung				
gegeben	gefunden	Diff.	berechnet	gefunden	Diff.	mg Ca	mg Mg
6,7	6,8	+ 0,1	1,03	1,04	+ 0,01	—	—
10,6	10,7	+ 0,1	1,61	1,63	+ 0,02	—	—
15,0	15,2	+ 0,2	2,29	2,32	+ 0,03	—	—
23,4	23,4	± 0,0	3,58	3,58	± 0,00	—	—
21,5	21,6	+ 0,1	3,29	3,30	+ 0,01	100	—
—	21,6	+ 0,1	3,29	3,31	+ 0,02	300	—
25,0	25,0	± 0,0	3,82	3,82	± 0,00	—	600
26,7	26,9	+ 0,2	4,09	4,11	+ 0,02	160	240
—	26,7	— 0,0	4,09	4,09	± 0,00	340	400

Tabelle 2. *Bestimmung von Cadmium.*

mg Cadmium			ml 0,100 ml Komplexon-Lösung		
gegeben	gefunden	Diff.	berechnet	gefunden	Diff.
30,0	30,1	+ 0,1	2,67	2,68	+ 0,01
44,7	45,0	+ 0,3	3,98	4,00	+ 0,02
73,5	74,0	+ 0,5	6,54	6,58	+ 0,04
110,0	109,8	— 0,2	9,79	9,77	— 0,02

Tabelle 3. *Bestimmung von Kupfer.*

mg Kupfer			ml 0,100 m Komplexon-Lösung				
gegeben	gefunden	Diff.	berechnet	gefunden	Diff.	mg Ca	mg Mg
10,5	10,5	± 0,0	1,65	1,65	± 0,00	—	—
28,0	28,1	+ 0,1	4,40	4,42	+ 0,02	—	—
30,0	29,9	— 0,1	4,72	4,71	— 0,01	—	—
5,0	5,0	± 0,0	0,79	0,79	± 0,00	70	200
10,0	10,0	± 0,0	1,57	1,57	± 0,00	170	100
13,5	13,3	— 0,2	2,12	2,10	— 0,02	200	320

Tabelle 4. *Bestimmung von Nickel.*

mg Nickel			ml 0,100 m Komplexon-Lösung				
gegeben	gefunden	Diff.	berechnet	gefunden	Diff.	mg Ca	mg Mg
4,4	4,5	+ 0,1	0,75	0,77	+ 0,02		—
10,0	10,0	± 0,0	1,70	1,70	± 0,00	—	—
25,0	24,9	— 0,1	4,26	4,24	— 0,02	—	—
12,0	11,9	— 0,1	2,04	2,03	— 0,01	110	80
19,9	19,7	— 0,2	3,39	3,36	— 0,03	210	160

Tabelle 5. *Bestimmung von Blei.*

mg Blei			ml 0,100 m Komplexon-Lösung					
gegeben	gefunden	Diff.	berechnet	gefunden	Diff.	mg Ca	mg Mg	mg Ba
15,2	15,1	— 0,1	0,74	0,73	— 0,01	—	—	—
61,7	61,7	± 0,0	2,98	2,98	± 0,00			—
127,6	127,8	+ 0,2	6,16	6,17	+ 0,01			—
58,6	58,6	± 0,0	2,83	2,83	± 0,00	—	—	190
117,3	117,1	— 0,2	5,66	5,65	— 0,01	140	170	—
58,6	58,2	— 0,4	2,83	2,81	— 0,02	210	90	260

Tabelle 6. *Bestimmung von Eisen und Aluminium.*

Milligramme		ml 0,100 ml Komplexon-Lösung				
Fe	Al	berechnet	gefunden	Diff.	mg Ca	mg Mg
17,6	10,4	7,00	6,94	— 0,06	—	—
7,7	13,4	7,16	7,14	— 0,02	400	—
28,5	5,9	7,29	7,28	— 0,01	—	400
11,9	14,0	7,32	7,33	+ 0,01	170	—
11,1	15,1	7,58	7,58	± 0,00	320	200
10,7	24,7	10,36	10,33	— 0,03	420	280

Tabelle 7. *Bestimmung von Wismut.*

mg Wismut			ml 0,100 ml Komplexon-Lösung		
gegeben	gefunden	Diff.	berechnet	gefunden	Diff.
30,7	30,9	+ 0,2	1,47	1,48	+ 0,01
65,2	65,2	± 0,0	3,12	3,12	± 0,00
101,8	101,4	— 0,4	4,87	4,85	— 0,02
120,2	119,8	— 0,4	5,75	5,73	— 0,02
132,5	132,2	— 0,3	6,34	6,33	— 0,01

Zusammenfassung.

Eine Mischung von Eisen(III)-, Eisen(II)-cyanid und 3.3′-Dimethylnaphthidin spricht als Redoxsystem empfindlich auf Zinkspuren an. Zink läßt sich mittels dieses Indicatorsystems komplexometrisch sehr genau titrieren. Die Titration wird bei p_H 5 durchgeführt. Man kann durch Rücktitration eines Komplexonüberschusses mit Zinkmaßlösung verschiedene Metall-Ionen titrieren, und zwar auch in Gegenwart beträchtlicher Mengen von Erdalkalien. Arbeitsvorschriften für die Bestimmung von Zn, Cu, Ni, Cd, Pb, Fe, Al und die Summe Fe + Al sind angegeben.

Wir danken Herrn Dr. E. G. Brown auch an dieser Stelle für eine interessante Diskussion und die Überlassung von Naphthidinindicator. Der Fa. Siegfried, Zofingen, Schweiz, sind wir für die Komplexonpräparate zu Dank verpflichtet.

Literatur.

[1] Belcher, R., A. J. Nutten and W. I. Stephen: J. chem. Soc. (London) **1951**, 1520; vgl. diese Z. **137**, 276 (1952/53). — [2] Brown, E. G., u. T. J. Hayes: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **9**, 1 (1953); vgl. diese Z. **143**, 211 (1954). — [3] Grönkvist, K. E.: Farmac. Revy **52**, 305 (1953). — [4] Haar, K.ter u. J. Bazen: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **9**, 235 (1953); vgl. diese Z. **142**, 456 (1954). — [5] Malát, M., V. Suk and O. Ryba: Chem. Listy **48**, 203 (1954); vgl. diese Z. **144**, 40 (1955). — [6] Milner, G. W. C., and J. L. Woodhead: Analyst (London) **79**, 363 (1954); vgl. diese Z. **144**, 213 (1955). — [7] Přibil, R., Z. Koudela u. B. Matyska: Collect. czechoslov. chem. Commun. **16**, 80 (1951); vgl. diese Z. **135**, 360 (1952). — [8] Ringbom, A., u. P. E. Sandas: Kemistsamfundets Medd. **1—2**, 13 (1953). — [9] Schwarzenbach, G., R. Gut and G. Anderegg: Helv. chim. Acta **37**, 937 (1954). — [10] B. Siegfried, Zofingen, Schweiz, Broschüre über Komplexone. — [11] Suk, V., M. Malát and O. Ryba: Chem. Listy **48**, 533 (1954). — [12] Sweetser, P. B., and C. E. Bricker: Analyt. Chemistry **25**, 253 (1953); vgl. diese Z. **143**, 201 (1954). — [13] Underwood, A. L.: Analyt. Chemistry **25**, 1910 (1953); vgl. diese Z. **142**, 458 (1954).

Priv.-Doz. D. H. Flaschka, Graz, Schillerplatz 9.

Aus dem Institut für anorganische und analytische Chemie der Universität Graz.

Die direkte komplexometrische Bestimmung des Zirkoniums.

Von

A. Musil und M. Theis.

(Eingegangen am 9. Dezember 1954.)

Milner und Phennah[2], sowie Sweetser und Bricker[4] berichteten über eine maßanalytische Bestimmungsmethode des Zirkoniums mit Komplexon III (Dinatriumsalz der Äthylendiamintetraessigsäure), wobei ein zu der Zirkoniumlösung zugegebener Überschuß an Komplexon mit einer Eisen(III)-lösung zurücktitriert wird. Wir versuchten, ob sich das Zirkonium nicht auch wie das Thorium direkt titrieren lasse[1]. Über diese Versuche soll nachstehend berichtet werden.

Zirkonium bildet mit der Äthylendiamintetraessigsäure bei p_H-Werten von 2 und niedriger einen stabilen Komplex. Das für die Thoriumbestimmung[1] als Indicator gut geeignete Alizarin S versagt bei der Bestimmung des Zirkoniums wegen zu großer Beständigkeit seines Zirkoniumfarblackes. Er wird bei der Titration mit Komplexonlösung nicht zerstört, im Äquivalenzpunkt ergibt sich also kein Farbumschlag.

In *Chromazurol S* (Fa. Geigy[3]) wurde aber ein Indicator gefunden, der mit Zirkonium einen kräftigen Farblack bildet und dennoch eine Rücktitration zuläßt. Der Farbstoff hat sich als metallspezifischer Indicator

schon mehrfach als sehr geeignet für komplexometrische Bestimmungen erwiesen[5,6].

Die Titration muß in saurem Gebiet stattfinden. Es wurde deshalb die Zirkoniumlösung — oder bei der umgekehrten Titration die Komplexonlösung — mit Salzsäure angesäuert. Die Farbe des Indicators in saurer Lösung ist orange, das Auftreten einer ersten Violettfärbung daher schwer zu erkennen. Der zur Titration notwendige p_H-Wert 2 kann aber auch so erreicht werden, daß mit der 10%igen salzsauren Zirkoniumlösung eine vorgelegte Komplexonlösung titriert wird. Nach Zufließenlassen von etwa 0,5 ml ist dann p_H 2 erreicht und die Komplexbildung findet statt. Beim Einfließenlassen der ersten Tropfen der Zirkoniumlösung bildet sich der rotviolette Farblack aus, der bei weiterem Zusatz der sauren Lösung, wenn also der zur Komplexbildung benötigte p_H-Wert erreicht ist, verschwindet. Die Farbe der Lösung ist dann schwach gelb. Am Endpunkt der Titration tritt ein sehr gut sichtbarer Farbumschlag nach Rotviolett auf. Die verwendete Zirkoniumlösung soll etwa 0,01—0,1 m an Zr sein und 10% Salzsäure enthalten.

Hergestellt wurden die Lösungen durch Auflösen von analysenreinem $ZrOCl_2$ in 1 Liter destilliertem Wasser, das 100 ml konzentrierte Salzsäure enthielt. Der Zirkongehalt wurde gravimetrisch bestimmt (Phosphat- und Mandelsäureverfahren).

Es wurden ferner eine 0,02 m und eine 0,1 m Komplexon III-lösung verwendet, entsprechend dem Gehalt der Zirkoniumlösungen. Der Faktor der Komplexonlösungen wurde durch eine Kupfernitrat- oder eine Calciumchloridlösung bekannten Gehaltes in üblicher Weise eingestellt.

1 ml 0,1 m Komplexon III-lösung entspricht 9,12 mg Zr. Die Indicatorlösung war eine 0,4%ige wäßrige Lösung von Chromazurol S.

Arbeitsvorschrift. In einen 300 ml-Titrierkolben gibt man aus der Bürette eine abgemessene Menge Komplexonmaßlösung und destilliertes Wasser bis zu 100 ml. Zu dieser Lösung fügt man 5 Tropfen der Indicatorlösung. Mit der 10% konz. Salzsäure enthaltenden Untersuchungslösung titriert man aus einer zweiten Bürette bis zum Umschlag nach Rotviolett. Der Überschuß wird mit der Komplexonlösung zurücktitriert. Man kann auch direkt mit der Zirkoniumlösung auf schwachrosa titrieren.

In den Tab. 1 und 2 sind die Ergebnisse einiger Titrationen zusammengestellt.

Tabelle 1.

Angewandt: 0,02 m Komplexonlösung; etwa 0,02 m $ZrOCl_2$-Lösung.

ml Komplexonlösung vorgelegt	Zirkoniumlösung		Fehler	
	Verbrauch ml	Soll-Verbr. ml	ml Zr-Lösg.	mg ZrO_2
5,08	4,27	4,23	+ 0,04	+ 0,09
10,16	8,50	8,45	+ 0,05	+ 0,10
20,35	17,00	16,95	+ 0,05	+ 0,10
20,28	16,90	16,90	0	0
13,00	10,90	10,84	+ 0,06	+ 0,12
8,40	7,00	6,98	+ 0,02	+ 0,03

Tabelle 2.
Angewandt: 0,1 m Komplexonlösung; etwa 0,1 m $ZrOCl_2$-Lösung.

ml Komplexonlösung vorgelegt	Verbrauch Zr-Lösung ml	mg ZrO_2/10 ml gegeben	mg ZrO_2/10 ml gefunden	Fehler mg
10,4	10,2	123,7	123,2	— 0,5
12,85	12,5	123,7	123,2	— 0,5
15,08	14,78	123,7	123,3	— 0,4

Analyse von technischen Zirkoniumlösungen.

Die untersuchten Zirkoniumpräparate enthielten 1—2% Eisen. Ihr Zirkoniumgehalt wurde einerseits gravimetrisch, andererseits komplexometrisch nach dem beschriebenen Verfahren bestimmt. Für die komplexometrische Bestimmung verfuhr man wie folgt:

25 ml der auf 250 ml aufgefüllten Probe wurden in einem Becherglas mit 25 ml konzentrierter Salzsäure und 150 ml destilliertem Wasser versetzt. Es wurde 15 min zum Sieden erhitzt und im Meßkolben nach Abkühlen auf 250 ml aufgefüllt. Mit dieser Lösung wurde eine vorgelegte Menge 0,1 m Komplexonlösung nach obiger Vorschrift titriert.

Aus Tab. 3 ist zu entnehmen, daß alle Proben, die zum Sieden erhitzt wurden, richtige Werte lieferten. Eisen stört also die Zirkoniumbestimmung nicht. Man kann das Eisen in der Lösung ebenfalls bestimmen, indem man in bekannter Art mit Titan(III)-chloridlösung titriert. Man vermeide dabei einen Überschuß des Reduktionsmittels, da sonst der Indicator zerstört wird.

Tabelle 3.

mg ZrO_2/10 ml angewandt	mg ZrO_2/10 ml gefunden	Fehler mg
609	729	+ 120*
609	606	— 3
609	611	+ 2
696	694	— 2
696	693	— 3
716	713	— 3

* Die Probe wurde nicht zum Sieden erhitzt.

Einfluß des Lösungszustandes des Zirkoniumsalzes.

Im ersten Versuch der Tab. 3 wurde viel zu viel Komplexonlösung zur Titration verbraucht. In diesem Falle war die Probelösung vor der Titration nicht zum Sieden erhitzt worden. Zur Erklärung nehmen wir an, daß diese Lösung zum Teil noch Zr^{4+}-Ionen enthielt, die 2 Mole Komplexon binden, während bei den der Rechnung zugrundegelegten ZrO^{++}-Ionen das Molverhältnis ZrO^{++} : Komplexon 1 : 1 beträgt. Zur Stütze unserer Annahme stellten wir Lösungen von reinem $ZrCl_4$ in 10%iger Salzsäure her und behandelten diese Lösungen wie folgt: Sie wurden a) kalt auf 200 ml aufgefüllt, b) 20 Std stehengelassen, c) auf 60°C erwärmt, d) zum beginnenden Sieden erhitzt, e) 15 min gekocht. — Anschließend erfolgte die komplexometrische Titration.

Die Ergebnisse zeigt Tab. 4 (S. 430).

Tabelle 4. *Bestimmung von Zr in $ZrCl_4$-Lösungen.*

Lösung:	mg Zr gegeben	mg Zr gefunden	mg	Verhältnis Komplexon: Zr
a	390	388 (776)	— 2	2:1 nur $ZrCl_4$
b	390	355	— 35	2:1 etwas ZrO^{2+}
c	474	488	+ 14	1:1 noch etwas $ZrCl_4$
d	555	552	— 3	1:1 nur ZrO^{2+}
e	415	412	— 3	1:1 nur ZrO^{2+}

Entgegen der Annahme der meisten Autoren scheinen also in Zirkon(IV)-salzlösungen Zr^{4+}-Ionen vorhanden zu sein, die wohl hydratisiert sein mögen, aber doch vier Valenzen zur Salzbildung zur Verfügung haben. Für die komplexometrische Titration ist es daher immer nötig, Zirkonlösungen, solange sie nicht einwandfrei nur ZrO^{--}-Ionen enthalten, vor der Titration zu erhitzen, damit ein einheitlicher Faktor verwendet werden kann. Dann liefert die Methode recht gute Werte und ist auch besonders zu Schnellbestimmungen bei Serienanalysen zu verwenden.

Zusammenfassung.

Es wird über eine direkte maßanalytische Bestimmung des Zirkoniums mit Komplexon III-lösung berichtet. Eine Standardkomplexonlösung wird mit der Probelösung, die 10% konzentrierte Salzsäure enthält, gegen Chromazurol S als Indicator titriert. Direkte Endpunktbestimmung oder Rücktitration mit Komplexon ist möglich. Eisen stört bei dieser Bestimmungsmethode nicht. Die Untersuchungslösung muß vor Titration gekocht werden, damit nur ZrO^{--}-Ionen vorliegen. 1 ml 0,1 m Komplexon III-lösung zeigt 9,122 mg Zr an.

Literatur.

[1] Flaschka, H., K. ter Haar und J. Bazen: Mikrochim. Acta (Wien) **1953**, 345; vgl. diese Z. **143**, 216 (1954). — [2] Milner, G. W. C., and P. J. Phennah: Atomic Energy Research Estab., AERE-C/R-1354, Febr. 1954. — [3] Schulze, Julius: Farbstofftabellen, Nr. 841. — [4] Sweetser, Ph. B., and C. E. Bricker: Analyt. Chemistry **26**, 195 (1954); vgl. diese Z. **143**, 202 (1954). — [5] Theis, M.: diese Z. **144**, 106 (1955). — [6] Musil, A., u. M. Theis: diese Z. **144**, 351 (1955).

Prof. Dr. A. Musil, Institut für anorg. u. analyt. Chemie der Universität, Graz, Universitätsplatz 1.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

III. Chemische Analyse organischer Stoffe.

Literatur. J. Mitchell jr., I. M. Kolthoff, E. S. Proskauer und A. Weissberger: *Organic Analysis.* 1. Band. VIII, 473 Seiten. Interscience Publishers, Inc., New York 1953. Preis $ 8,50.

Die „organische Analyse" soll nach der Absicht der Herausgeber zu einem Sammelwerk werden, in welchem die verschiedenen Methoden zur Untersuchung organischer Stoffe (mit Ausnahme der Methoden der Elementaranalyse) in einzelnen Artikeln von Autoritäten auf dem speziellen Gebiet behandelt werden, ohne daß man sich an ein starres Einteilungssystem halten will. Grundlegend wichtige Trennungsmethoden, z. B. die Chromatographie, Destillation, Gegenstromverteilung, sollen in besonderen Kapiteln zusammenfassend erläutert werden. Das gleiche gilt für neue Methoden, die eine weitgehende praktische Anwendung erwarten lassen. Für die ersten Bände der Sammlung ist die Behandlung der Bestimmungsmethoden der funktionellen Gruppen vorgesehen; von diesen werden im vorliegenden ersten Band die Bestimmungsmethoden der Hydroxyl-, Alkoxylgruppe, Alpha-Epoxygruppe, des aktiven Wasserstoffs, der Carbonylgruppe, der Acetale, der organischen schwefelhaltigen Gruppen beschrieben. Der letzte Abschnitt betrifft die spektroskopische Bestimmung der funktionellen Gruppen in der Petroleumindustrie (Ultrarot-, UV-, Massenspektrometrie). Die einzelnen Methoden sind ausführlich beschrieben. An jedes Kapitel schließt sich ein Literaturverzeichnis an, im vorliegenden Band weisen über 1000 Zitate auf Originalarbeiten, zum Teil aus der neuesten Zeit, hin. Die Sammlung wird für alle, die Untersuchungen auf organisch-chemischem Gebiet auszuführen haben, eine sehr wertvolles Anleitungs- und Nachschlagewerk bilden.

Stig Veibel: *The Identification of Organic Compounds. A Manual of qualitative and quantitative Methods.* 4. Aufl. (1. englische Ausgabe). XV, 346 Seiten mit 26 Abbildungen. G. E. C. Gad Publisher, Kopenhagen 1954. Preis $ 6,—.

Das Werk von Veibel ist ein Anleitungsbuch für das organisch-chemische Praktikum. Es hat sich an der technischen Hochschule in Kopenhagen bereits seit 26 Jahren im Unterricht bewährt und erscheint zur Zeit in der 4. dänischen Auflage. Die vorliegende erste englische Ausgabe macht das Werk einem größeren Leserkreis zugänglich. Ziel der Anleitung ist, den Studierenden in die Lage zu versetzen, eine einheitliche organische Substanz auf Grund des Nachweises und der quantitativen Bestimmung der elementaren Bestandteile und besonders der funktionellen Gruppen zu identifizieren. Dementsprechend werden zunächst die Methoden zur Feststellung der Reinheit einer Substanz behandelt; für die elementaren Bestandteile werden die Nachweismethoden beschrieben, auf die Methoden der quantitativen Elementaranalyse wird nicht eingegangen. Den Hauptteil des Werkes nehmen die Methoden zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung der funktionellen Gruppen ein, bei denen sich der Verf. vielfach auf eigene Untersuchungen berufen kann. Alle wichtigen Verfahren sind unter Anführung der zugehörigen Literatur ausführlich beschrieben. Dabei wird auch die neueste Literatur berücksichtigt. Bei Durchsicht des Werkes merkt man überall die große Erfahrung des Verfassers. Das Praktikumsbuch kann bestens empfohlen werden.

J. Timmermans: *Les constantes physiques des composés organiques cristallisés. Essai de stoechiométrie.* 558 Seiten mit 80 Abbildungen. Verlag Masson et Cie., Paris 1953. Preis 5200 fr.

Der Verf. gibt in seinem umfassenden Werk zum ersten Male eine erschöpfende Darstellung der Beziehungen zwischen physikalischen Konstanten der kristallisierten organischen Stoffe und ihrer chemischen Zusammensetzung. Damit wird gleichzeitig ein tieferer Einblick in die Struktur der kristallisierten Materie ermöglicht. Im einzelnen werden behandelt die festen organischen Stoffe als Kristalle, die Erstarrung der organischen Verbindungen, die Kinetik und Thermodynamik der Kristallisation. A. Kurtenacker.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Die Analyse binärer Gemische, bestehend aus einem aromatischen Kohlenwasserstoff und einem Kohlenwasserstoff der Paraffin- oder Naphthenreihe (keine ungesättigten Kohlenwasserstoffe) kann nach B. A. Kazanskij, M. I. Rozengart, O. D. Sterligov und G. A. Tarasova[1] durch Messungen der Dispersion einfach durchgeführt werden. Die Messungen erfolgen mit einem Wasserstoffspektralröhrchen (F-Linie) und der Natriumflamme (D-Linie) als Lichtquellen im Zeiß-Refraktometer bei 20° C. Die Paraffin- und Naphthenkohlenwasserstoffe (C_7—C_{10}) besitzen nahezu die gleichen Dispersionswerte (mittlere Dispersion δ_R im Mittel = 51,4), bei den aromatischen Kohlenwasserstoffen liegen die Zahlen viel höher (81,4—89,6 je nach Zahl der C-Atome). In Tabellen sind die Dispersionswerte für folgende binäre Gemische angegeben: *n-Hexan-Benzol, n-Heptan-Benzol, n-Heptan-Toluol* und *Methylcyclohexan-Toluol.* Martha Wildau.

Zur Bestimmung von Methylnitrit neben Nitromethan eignet sich nach J. Décombe[2] die Titration des bei der Umsetzung mit Kaliumjodid freigewordenen Jods mit Thiosulfatlösung bei Ausschluß von Luftsauerstoff. Der Verf. verwendet das Verfahren zur Untersuchung der Isomerisierung von Methylnitrit in Nitromethan bei der Darstellung des letzten. — *Ausführung.* Man benutzt eine dreihalsige Flasche, die außerdem eine durch Stopfen verschließbare Öffnung zum Einführen der Probe besitzt. 2 Hälse dienen zur Zu- und Ableitung von CO_2, durch den 3. Hals wird der Auslauf der Bürette eingeführt. Man bringt in den Kolben 25 ml Methanol, 10 ml der zu analysierenden Lösung (etwa 2% Gehalt), 300 ml Wasser und 30 ml Schwefelsäure (1 : 3). Nachdem man die Luft aus dem Apparat durch CO_2 verdrängt hat, fügt man rasch 1 ml 20%ige Kaliumjodidlösung zu, läßt 15 min stehen und titriert dann mit 0,1 n Thiosulfatlösung ohne Zusatz von Stärke zurück. Die Resultate sind bemerkenswert gut reproduzierbar. A. Kurtenacker.

Über neue Methoden zur Analyse einfacher halogenisierter Äther (*α, β*-Dihalogen- und *α, β, β*-Trihalogenalkyläther) berichten M. F. Šostakovskij und F. P. Sidelkovskaja[3]. *Zum qualitativen Nachweis* eignen sich die Reaktionen mit fuchsinschwefliger Säure (rosa Färbung, die schnell in violett übergeht), mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin (kristalliner Niederschlag), mit Silbernitratlösung (Niederschlag) und mit Methylorange (grelle Rotfärbung). — *Zur quantitativen Bestimmung* bringt man in einen 150—200 ml-Schliffkolben 20 ml Wasser und eine abgewogene Menge des Chloräthers (am besten in einer dünnwandigen Glasampulle), zertrümmert die Ampulle durch kurzes Schütteln und titriert nach einigem Stehen (für

[1] Ž. anal. Chim. **8**, 245—252 (1953) [Russisch]. Akad. Wiss. Moskau.

[2] Bull. Soc. chim. France **1954**, 656—657. Faculté des Sciences, Dijon (Frankreich).

[3] Ž. anal. Chim. **9**, 105—108 (1954) [Russisch]. Inst. org. Chem., Moskau.

Dichloräther nach 10—15 min, für Trichloräther nach 30—40 min). Zur Titration verwendet man 0,1 n Lauge (Indicator Methylorange) oder 0,1 n Silbernitrat (Indicator Kaliumchromat). Die Methode erlaubt den Reinheitsgrad und die Konzentration der halogenierten Äther zu bestimmen. MARTHA WILDAU.

Epoxyverbindungen. *Die Ultrarotspektren* untersuchte W. A. PATTERSON[1]. Durch Aufnahme der Spektren von 26 Oxiranverbindungen im Bereich von 2—15 μ in flüssigem Zustand und in Lösung wurden eine charakteristische Absorptionsbande bei etwa 8 μ festgestellt und außerdem zwei Absorptionsbanden, deren Lage sich je nach der Art der Verbindung etwas ändern kann. Eine von diesen Banden liegt zwischen 10,52 und 11,58 μ, die andere zwischen 11,57 und 12,72 μ. Es besteht eine gewisse Beziehung zwischen der Wellenlänge der Banden und der Reaktionsfähigkeit der Verbindungen mit Essigsäure. A. KURTENACKER.

Die Bestimmung von Epoxyden mit Natriumsulfit, die von J. D. SWAN[2] vorgeschlagen wird, gründet sich auf folgende Reaktion:

$$\text{—C}\underset{\text{O}}{\text{—C—}} + \text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{—C(HO)—C(OSO}_2\text{Na)—} + \text{NaOH}$$

Das frei gewordene Natriumhydroxyd wird mit Säure titriert. Die Resultate sind auf etwa ± 0,5% genau. Alkohole und Glykole stören nicht. Aldehyde reagieren wie die Epoxyde. Das Titrationsverfahren gibt die Summe beider. Bestimmt man in einer zweiten Probe den Aldehyd durch Umsetzung mit $NaHSO_3$ jodometrisch, so kann der Epoxydgehalt aus der Differenz berechnet werden. Epoxyde reagieren mit $NaHSO_3$ nicht merklich. — *Ausführung der alkalimetrischen Bestimmung.* 0,1 bis 0,02 Mol des zu analysierenden Epoxydes werden in eine Ampulle eingeschmolzen und genau gewogen. Die Ampulle wird in eine 250 ml fassende, mit dichtem Stopfen verschlossene Flasche, die 50 ml gesättigte, auf p_H 9,45—9,60 eingestellte Natriumsulfitlösung enthält, gebracht und nach Befestigung des Stopfens zertrümmert. Unter gelegentlichem Schütteln wird die Flasche 30 min (bei manchen Epoxyden jedoch bis zu 3 Std) stehen gelassen. Dann wird mit n Salzsäure auf p_H 9,45—9,60 titriert, wobei der Neutralpunkt mittels Farbindicator (Mischindicator von 0,1 g Alizaringelb R und 0,06 g Xylolcyanol FF in 100 ml) oder potentiometrisch festgestellt wird. Der Fehler beträgt ± 0,5%. K. SÖLLNER.

Die jodometrische Bestimmung organischer Peroxyde nach LEA[3] hat B. D. SULLY[4] vereinfacht. An Stelle des Arbeitens in reinster Stickstoffatmosphäre und der Entlüftung aller Reagenzien mischt man die Reagenzien in einem *siedenden* Gemisch aus Essigsäure/Chloroform und erhält exakte Werte. *Ausführung.* Man läßt ein Gemisch aus 10 ml Chloroform und 10 ml Essigsäure in einem 100 ml-Kolben sieden. Der Kolben ist mit einem 75 cm langen Glasrohr von 9 mm Durchmesser versehen, dessen obere 15 cm mit Wasser gekühlt werden. Während das Gemisch bis zur Kühlstelle hochsiedet, fügt man eine Lösung von 1 g Kaliumjodid in 1,3 ml Wasser von oben zu. Etwa im Rohr bleibendes unlösliches KJ löst man mit nicht mehr als 6 Tropfen Wasser. (Man kann die Lösung 30 min kochen, ohne daß Jod gebildet wird, vorausgesetzt, daß die Lösungsmittel keine Peroxyde und das

[1] Analyt. Chemistry **26**, 823—835 (1954). Canadian Industries, McMasterville, Quebec (Canada).

[2] Analyt. Chemistry **26**, 878—880 (1954). Jefferson Chemical Co., Inc., Austin Lab., Austin, Tex. (USA).

[3] LEA, C. H.: J. Soc. chem. Ind. **64**, 106 (1945); **65**, 286 (1946).

[4] Analyst (London) **79**, 86—90 (1954). A. Boake, Roberts & Co., Ltd., London.

KJ kein KJO_3 enthalten.) Nun gibt man die Untersuchungssubstanz zu, entfernt kurz die Wasserkühlung, damit alles gut heruntergespült wird, läßt 3—5 min weiterkochen, kühlt schnell ab, verdünnt mit 50 ml Wasser und titriert mit 0,01 n Thiosulfatlösung in üblicher Weise. Für genauere Ergebnisse wird eine elektrometrische Bestimmung des Endpunktes vorgeschlagen. K. Brodersen.

Bestimmung von organischen Peroxyden und von Wasserstoffperoxyd. Auf Grund einer eingehenden Untersuchung empfehlen A. C. Egerton, A. J. Everett, G. J. Minkoff, S. Rudrakanchana und K. C. Salooja[1] drei bekannte Methoden in verbesserter Form für die einschlägigen Bestimmungen, und zwar für größere Mengen organischer Peroxyde das maßanalytische Zinn(II)-verfahren, für sehr kleine Beträge von organischen Peroxyden und von Wasserstoffperoxyd die spektrophotometrische Eisen(II)-thiocyanatmethode und für kleine Mengen Wasserstoffperoxyd die Titansulfatmethode. — *Zinn(II)-chloridmethode.* D. Barnard und K. R. Hargrave[2], von denen dieses Verfahren herrührt, lassen $SnCl_2$ auf das zu bestimmende Peroxyd in essigsaurer Lösung einwirken, wobei man zur vollständigen Umsetzung 1 Std stehen lassen muß. Nach Egerton u. Mitarb.[1] kann die Wartezeit durch Arbeiten in alkalischer Lösung auf wenige Minuten abgekürzt werden. Man löst ungefähr 1 m Äquiv. des Peroxyds in einem 250 ml-Kolben mit langem Hals in 20 ml 30%iger Natronlauge, evakuiert auf etwa 10 mm und füllt mit Stickstoff. Dann versetzt man mit 15 ml 0,1 n salzsaurer Zinn(II)-chloridlösung (Herstellung vgl.[2]), evakuiert, füllt mit N_2 und wiederholt dies noch 2mal. Nach 3 min säuert man mit 25 ml 7,5n Schwefelsäure an und titriert sofort mit 0,05 n Jodlösung im Stickstoffstrom. Gleichzeitig wird ein Blindwert bestimmt. Die Titrationsergebnisse stimmen mit den nach Barnard und Hargrave[2] erhaltenen Zahlen überein. — *Eisen(II)-thiocyanatmethode.* Es wird empfohlen, die Reagenslösung, die meist bereits rot gefärbt ist, mit Amylalkohol auszuschütteln. Dadurch wird die Lösung farblos und die bei der Reaktion mit den Peroxyden entstandene Rotfärbung ist mindestens 2 Std beständig, ohne daß Luftsauerstoff ausgeschlossen werden muß. Das Reagens wird hergestellt durch Lösen von 5 g Ammoniumrhodanid + 5 g Eisen(II)-sulfat + 1 ml konz. Schwefelsäure in Wasser zu 100 ml und Ausschütteln mit Amylalkohol. Zur Ausführung der Bestimmung versetzt man 3 ml Probelösung mit 1 ml Reagenslösung. Die Färbung erreicht sofort ihre maximale Stärke; sie wird bei 450 mμ gegen ein Gemisch von 1 ml Reagens und 3 ml Wasser gemessen. Das Beersche Gesetz ist genau erfüllt. 0,03 μg ml H_2O_2 oder die entsprechende Menge von organischem Peroxyd können noch erfaßt werden. Die Genauigkeit beträgt ± 0,5%. — *Titansulfatmethode.* Das Reagens enthält 20 ml konz. Schwefelsäure und 2 ml 10%ige Titan(III)-sulfatlösung in 100 ml und wird mit H_2O_2-Lösung tropfenweise bis zum Verschwinden der bläulichen Färbung versetzt. Zur H_2O_2-Bestimmung versetzt man 3 ml Probe- mit 1 ml Reagenslösung und mißt die Gelbfärbung bei 410 mμ. Das Beersche Gesetz ist von 0,3—200 μg/ml H_2O_2 erfüllt. 0,3 μg/ml H_2O_2 können noch bestimmt werden. A. Kurtenacker.

H. Bruschweiler, G. J. Minkoff und K. C. Salooja[3] bestimmen *organische Peroxyde und Wasserstoffperoxyd* papierchromatographisch und polarographisch. *Papierchromatographisch* wurden Gemische von *Wasserstoffperoxyd* mit *Methyl-* oder *Butylperoxyd* auf Whatman-Papier Nr. 1, das sich zwischen zwei Glasplatten befand, untersucht. Im ersten Falle wurde das Chromatogramm mit Äther entwickelt und die Lage der Ringe mit einem Eisen(II)-thiocyanatreagens festgestellt.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **10**, 422—428 (1954). Imp. College of Science and Technology, London (England).

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **5**, 476 (1951); vgl. diese Z. **138**, 146 (1953).

[3] Nature (London) **172**, 909 (1953). Imp. Coll. Sci. Technol., London SW 7.

Wasserstoffperoxyd und t.-Butylperoxyd trennt man leicht mit Isopropylalkohol. Die R_f-Werte betragen 0,4 für Wasserstoffperoxyd und 1,0 für Methylperoxyd bei Ätherentwicklung. Im anderen Falle sind die Werte für Wasserstoffperoxyd 0,74, für das t.-Butylperoxyd 1,0. — *Polarographie*: Sie beruht auf der Tatsache, daß Wasserstoffperoxyd in einer 0,1 m Lithiumsulfat- und 0,01 m Lithiumhydroxydlösung eine anodische Stufe von $E^1/_2$ = —0,1 V gegen die Vergleichskalomelelektrode und die bekannte kathodische Stufe bei etwa $E^1/_2$ = —0,9 V aufweist. Ein vorhandenes organisches Peroxyd trägt nur zur kathodischen Stufe bei. Es ist also möglich, aus der kathodischen Stufe die Gesamtkonzentration von Wasserstoff- und organischem Peroxyd zu ermitteln, den Wasserstoffperoxydgehalt nur aus der anodischen Stufe. — Ist die Menge des Wasserstoffperoxyds viel größer als die des organischen, dann fällt jenes mit 0,01 m Lanthanacetatlösung aus der 0,2 m Lithiumsulfat- und 0,05 m Lithiumhydroxydlösung aus, so daß polarographisch nur das organische Peroxyd erfaßt wird. Erst dann wird durch Ansäuern das Wasserstoffperoxyd aus dem basischen Lanthanperoxyd freigesetzt. Es lassen sich so 10^{-5} bis 10^{-6} m Peroxyd nachweisen. H. Freytag.

Gemische von Benzoesäure und Perbenzoesäure analysiert R. Wolf[1] durch *potentiometrische Titration* mit Hilfe der Glaselektrode. Die Säuren werden in Benzol gelöst und von dieser Lösung, die etwa 5—20% Perbenzoesäure enthält, wird 1 ml in ungefähr 10 ml Wasser gegeben und mit 0,1 n carbonatfreier Natronlauge unter Rühren titriert. Die p_H-Kurve zeigt zwei Knickpunkte; der erste tritt auf, wenn die Benzoesäure neutralisiert ist, der zweite, wenn beide Säuren titriert sind. Der Vorteil der Methode liegt darin, daß beide Säuren in einer Lösung und in einem Arbeitsgang ermittelt werden können. — Wie Versuche zeigten, verhalten sich Gemische von Propionsäure und Peroxypropionsäure und Phthalsäure und Monoperoxyphthalsäure ähnlich. G. Denk.

Eine Untersuchung der Kokatnur-Jelling-Methode[2] zur Bestimmung von Benzoylperoxyd wird von A. J. Radford[3] angestellt, da bei gleichem Material von verschiedenen Analytikern differierende Ergebnisse erhalten werden. — Nach eingehender Untersuchung der Einflüsse der Versuchsbedingungen (Konzentration des Kaliumjodids und der Essigsäure, Verhältnis von Isopropanol zu Wasser, Erhitzungszeit) wird folgende Arbeitsvorschrift zur Benzoylperoxydbestimmung vorgeschlagen: 0,5 g Peroxyd werden in einen 600 ml fassenden Becher gebracht, der 50 ml Isopropanol enthält. Hierzu kommen 5 ml einer gesättigten wäßrigen Lösung von Kaliumjodid und 5 ml Eisessig. Das Becherglas wird mit einem Uhrglas bedeckt und 2—3 min auf einer Heizplatte mit Temperaturkontrolle so erhitzt, daß sich die Dämpfe des Isopropanols in halber Höhe der Glaswand kondensieren. Ohne zu kühlen wird das freie Jod mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung bis zum Verschwinden der gelben Jodfarbe titriert. Eine Blindwertbestimmung ist unter analogen Bedingungen durchzuführen. T. Breyhan.

Die bromometrische Bestimmung von organischen Sulfiden von S. Siggia und R. L. Edsberg[4] ist mit Fehlern behaftet, da der durch die Gelbfärbung des ersten Bromüberschusses gegebene Endpunkt bei gefärbten Verbindungen kaum zu sehen ist. W. H. Houf und R. D. Schuetz[5] schlagen deshalb vor, die Oxydation mit

[1] Bull. Soc. chim. France **1954**, 644—646. Fac. Sci., Toulouse (Frankreich).

[2] Kokatnur, V. R., and M. J. Jelling: J. Amer. chem. Soc. **63**, 1432 (1941).

[3] Analyst (London) **79**, 501—504 (1954). Laporte Chemicals Ltd., Luton, Beds.

[4] Analyt. Chemistry **20**, 938 (1948).

[5] Analyt. Chemistry **25**, 1258—1259 (1953). Mich. State Coll., East Lansing, Mich. (USA).

einem größeren Bromat-Bromidüberschuß durchzuführen und den unverbrauchten Bromrest jodometrisch zu bestimmen, oder die direkte Titration mit Bromat-Bromidlösung nach dem Dead-Stopverfahren vorzunehmen. — *Ausführung. 1. Rücktitration.* Man löst 0,0015 Mole der zu untersuchenden aromatischen oder heterocyclischen, schwefelhaltigen Verbindung in 40 ml (nötigenfalls mehr) Eisessig, fügt 5 ml Wasser und 3 ml konz. Salzsäure hinzu und versetzt mit einem Überschuß an 0,1 n Bromat-Bromidlösung (2,78 g $KBrO_3$ — 15 g KBr im Liter). Die mit einem Glasstopfen verschlossene Flasche erhitzt man 5 min auf 45° C und versetzt dann unter vorsichtigem Anheben des Stopfens mit 5 ml 10%iger Kaliumjodidlösung. Schließlich titriert man das ausgeschiedene Jod gegen Stärke mit Thiosulfatlösung. *2. Dead-Stopmethode.* Man verwendet die von G. Wernimont und F. D. Hopkinson[1] beschriebene Arbeitsweise mit einer Fisher-„Electropode" und einer angelegten Spannung von 50 mV bei genügender Kaliumbromidkonzentration. Man löst 0,0015 Mole des organischen Sulfids in 40 ml Eisessig, fügt 3 ml konz. Salzsäure und 5 ml Wasser hinzu, setzt die Elektroden ein und titriert unter starker magnetischer Rührung mit 0,1 n Bromid-Bromatlösung. Der Endpunkt ist dadurch gekennzeichnet, daß das Galvanometer einen dauernden Ausschlag zeigt. Schwer reagierende Stoffe titriert man bei 45° C. — Die Rücktitrationsmethode ist für aromatische und heterocyclische Sulfide auch in gefärbten Lösungen, die Dead-Stopmethode für aliphatische, aromatische und heterocyclische Sulfide anwendbar. Die Genauigkeit beträgt 0,5%. H. Freytag.

Über die Identifizierung von Dialkylsulfiden (Thioäthern) stellten M. Jureček, M. Večeřa und J. Gasparič[2] weitere Versuche an[3]. Es wurden die optimalen Bedingungen für die Bildung der Dialkyl-p-bromphenacylsulfoniumsalze aus den Dialkylsulfiden und p-Bromphenacylbromid und damit die besten Arbeitsweisen für die Identifizierung der Thioäther festgestellt. Die beste Ausbeute an Sulfoniumbromid wurde in Aceton mit 5% Wasser bei 24stündigem Stehen bei Raumtemperatur erhalten. Aber auch in siedendem Methanol ist nach 10 min die Ausbeute hoch. In siedendem Aceton sind die Ausbeuten beträchtlich geringer und nehmen mit zunehmender Dauer noch ab. Die Ausbeuten an Dialkyl-p-bromphenacylsulfoniumbromiden in Methanol bewegen sich zwischen 60 und 70%, sofern Sulfide mit geraden Ketten vorliegen. Sulfide mit verzweigten Ketten zeigen starke individuelle Verschiedenheiten. *Methylisobutylsulfid* liefert 70% Ausbeute. *Di-isopropylsulfid* und *Di-isobutylsulfid* liefern unter diesen Bedingungen gar kein Sulfoniumbromid. Aus den Bromiden wurden durch Konversion Perchlorate und Pikrate hergestellt. — Zur Ausführung kocht man 0,01 ml p-Bromphenacylbromid und das zu identifizierende Sulfid (möglichst 0,01 Mol) in 5 ml Methanol 10—30 min auf dem Wasserbade. Nach dem Abkühlen fügt man 200 ml Äther zu und läßt im Eisschrank stehen. Das abgeschiedene Produkt filtriert man ab und wäscht es mit Äther. Einen Teil des Bromids löst man in einigen ml Wasser und tropft eine 10%ige Natriumperchloratlösung hinzu. Das Kristallisieren fördert man durch Kratzen der Glaswand mit dem Glasstab. Nach dem Ausfallen des Niederschlags fügt man weitere Perchloratlösung zu. Man filtriert ab, wäscht mit Wasser und kristallisiert aus Äthanol bis zum konstant bleibenden Schmelzpunkt. Zur Identifizierung der Thioäther sind die Perchlorate am besten geeignet. Sie sind wenig löslich, beständig und haben gegenüber den Pikraten (mit gesättigter wäßriger Pikrinsäurelösung hergestellt) den Vorteil

[1] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **15**, 272 (1943).

[2] Chem. Listy **48**, 542—548 (1954) [Tschechisch]. Hochschule f. Chem. Pardubice u. Forsch.-Inst. f. org. Synthesen, Pardubice-Rybitví.

[3] Vgl. Jureček, M., M. Večeřa u. J. Gasparič, Chem. Listy **47**, 1410 (1953); vgl. diese Z. **143**, 68 (1954).

genügend weit auseinander liegende Schmelzpunkte zu besitzen. Nachstehend folgen die Schmelzpunkte einiger Dialkyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorate: *Dimethyl-* 235, *Methyläthyl-*: 224,5, *Diäthyl-*: 172, *Methyl-n-propyl-*: 167—168, *Äthyl-n-propyl-*: 87, *Di-n-propyl-*: 105, *Methyl-n-butyl-*: 135,5—136, *Äthyl-n-butyl-*: 96—96,5, *n-Propyl-n-butyl-*: 90, *Di-n-butyl-*: 131, *Methylisobutyl-*: 176° C (alle korr.).

H. Freytag.

Die polarographische Bestimmung von organischen Polysulfiden, insbesondere von Dibenzyl-, Di-n-Butyl- und Di-tert.-Butyl-Tri- und Tetrasulfiden und deren Gemischen, deren Analyse für die Petroleumraffination von Bedeutung ist, haben J. H. Karchmer und M. T. Walker[1] einer näheren Untersuchung unterzogen. An Polarogrammen mit aus dem entsprechenden Mercaptan und Schwefeldichlorid

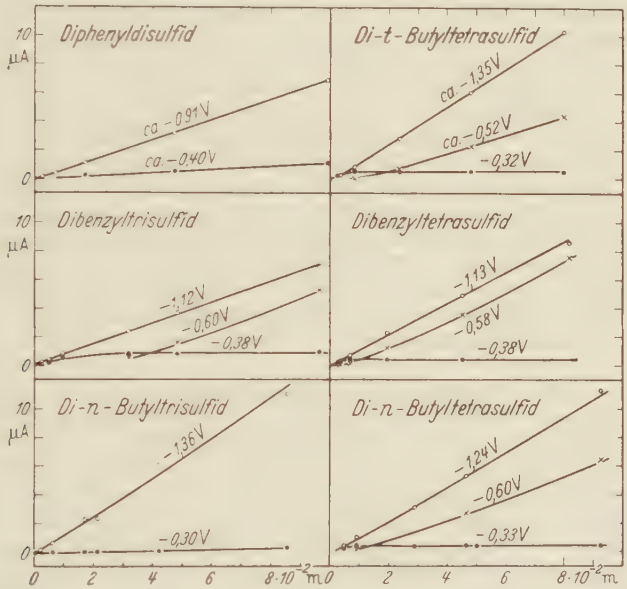

Abb. 1. Abhängigkeit des Diffusionsstroms von der Konzentration reiner Polysulfidlösungen nach Karchmer und Walker.

bzw. Schwefelmonochlorid synthetisierten Polysulfiden, die in n-Heptan gelöst und dann mit Pufferlösung versetzt sind (entweder eine Lösung von 6,8 g kristallisiertes Natriumacetat und 2,9 ml Eisessig in 250 ml Methanol, auf 500 ml mit Benzol aufgefüllt oder eine solche von 12,5 ml 1 m Tetra-n-butylammoniumhydroxyd in 400 ml 99%igem Isopropylalkohol, mit Wasser zu 500 ml ergänzt) konnten folgende Beobachtungen gemacht werden: In Acetatpufferlösung und mit $t = 5{,}9$ sec bei — 0,6 V, $m^{2/3}t^{1/6} = 1{,}55$ mg$^{2/3}$sec$^{-1/2}$ bei 25° C und 64 cm Hg-Säule liefert von den Disulfiden nur das Diphenylsulfid eine Stufe, Tetrasulfid dagegen in der Regel drei, deren mittlere oft die Gestalt eines Maximums besitzt, deren erste sehr klein ist und deren letzte oft als Doppelstufe geteilt erscheint, wobei die letzte bei Konzen-

[1] Analyt. Chemistry **26**, 271—280 (1954). Humble Oil and Refining Co., Baytown, Tex. (USA).

trationen unter $5 \cdot 10^{-4}$ m verschwindet und die Tetrasulfidkonzentration der Gesamthöhe der Stufen proportional ist. Trisulfide verhalten sich sehr unterschiedlich, Dibenzyltrisulfid z. B. ähnelt dem Tetrasulfid, Di-n-butyltrisulfid dagegen dem Diphenyldisulfid und das Di-tert.-butyltrisulfid zeigt überhaupt keine Stufe. — In der basischen Pufferlösung mit $t = 5$ sec bei — 2,0 V, $m^{2/3}t^{1/6} = 0{,}95\ mg^{2/3}sec^{-1/2}$ bei 25° C und 64 cm Hg-Säule ist das Polarogramm der Tetrasulfide kaum verändert, nur sind die Halbstufenpotentiale negativer und die Diffusionsströme kleiner (bei — 0,3 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode). Disulfide[1] und Trisulfide liefern gut reproduzierbare Stufen, doch sind die Stufen niedriger als in Acetatpufferlösung. An reinen Polysulfidlösungen werden die in Abb. 1 (S. 437) wiedergegebenen zum Teil anomalen Konzentrationsabhängigkeiten der einzelnen Stufen beobachtet. Die Lage aller drei Stufen des Di-n-Butyl-Tetrasulfids ist p_H-abhängig, die Höhe der mittleren sinkt mit steigendem p_H-Wert. Aus der Abhängigkeit der Stufenhöhe von der Höhe der Hg-Säule folgt, daß die erste Stufe des Di-n-Butyl- und des Di-tert.-Butyl-Tetrasulfids einem echten Diffusionsstrom entspricht, bei Dibenzyltetrasulfid zum Teil durch Adsorption bedingt ist. Die Mittelstufe zeigt ebenfalls einen Diffusionsstrom an; die Doppelstufe ist im ersten Teil eine Adsorptions- im zweiten eine kinetische Stufe. Die Reduktion von Diphenylsulfid verläuft ähnlich. Beim Trisulfid erweist sich die mittlere Stufe als eine kinetische, die gesamte dritte als eine Adsorptionsstufe. Die Mittelstufe des Tetrasulfids ist lichtempfindlich und wächst im Sonnenlicht. Da die Mittelstufe das gleiche Halbstufenpotential wie Schwefel hat, ist sie zur Analyse ungeeignet. Da sie sich mit der Konzentration an Polysulfiden weniger ändert als die dritte, weist eine starke Höhenänderung der mittleren auf größeren Schwefelgehalt hin. Eine Analyse eines Gemischs läßt sich vorläufig nur aus der Kombination dreier Polarogramme herleiten: Es müssen zwei Polarogramme bei verschiedenen Konzentrationen in Acetatpufferlösungen mit einem solchen in der basischen Pufferlösung verglichen werden. K. Cruse.

Eine neue spezifische Farbreaktion auf Thioharnstoff und Thiosemicarbazide beschreibt S. Ohkuma[2]. Die Reaktion beruht darauf, daß *Pentacyanoeisenkomplexe* mit den genannten Verbindungen in Anwesenheit von Hydroxylamin in alkoholischer Lösung rote bis purpurrote Färbungen geben. — Man fügt einen Tropfen einer 0,5%igen Lösung von $Na_2[Fe(CN)_5NO]$ oder $Na_3[Fe(CN)_5NH_3]$ oder $Na_3[Fe(CN)_5H_2O]$ zu einem Tropfen der Thioharnstoff- oder Thiosemicarbazidlösung und setzt 2 Tropfen 0,5%ige $NH_2OH \cdot HCl$-Lösung und 1 Tropfen n NaOH-Lösung zu. 40—50 μg Thioharnstoff sind an der auftretenden Färbung zu erkennen. — Die von A. Sato[3] angegebene Thioharnstoffreaktion mit $K_4[Fe(CN)_6]$, wobei in essigsaurer Lösung eine blaue, in carbonatalkalischer Lösung eine rote bis purpurrote Färbung entsteht, ist nach Ohkuma darauf zurückzuführen, daß durch Photolyse von $K_4Fe(CN)_6$ zunächst $K_3[Fe(CN)_5H_2O]$ entsteht, das dann mit Thioharnstoff reagiert. A. Kurtenacker.

Die polarographische Bestimmung von Thioharnstoff gelingt nach R. L. Edsberg[4], wenn an der Quecksilbertropfelektrode anodisch polarographiert wird. Hierzu wird die Lösung in 25 ml Clark-Lubs-Pufferlösung (Natronlauge-Kaliumhydrogenphthalatlösung) von p_H 4 bzw. 6 gut mit Stickstoff entlüftet und dann von — 0, 2 bis

[1] Hall, M. E.: Analyt. Chemistry **25**, 556 (1953); vgl. diese Z. **144**, 66 (1955).

[2] J. pharmac. Soc. Japan **74**, 220—223 (1954) [Japanisch] (nach engl. Zus.fass. refer.). National Hygienic Lab., Tokyo.

[3] Biochem. Z. **23**, 45 (1910).

[4] Analyt. Chemistry **26**, 724—726 (1954). General Aniline & Film Corp., Easton, Pa. (USA).

– 0,3 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode polarographiert (m = 0,948 mg sec^{-1}, t = 6,9 sec bei offenem Stromkreis in Wasser). Der um den Grundstrom der „leeren" Lösung korrigierte Diffusionsstrom ist der Konzentration bis zu $2 \cdot 10^{-3}$ m linear proportional. Das Halbstufenpotential sinkt mit steigender Konzentration zu negativeren Werten, es ist aber p_H-unabhängig. Die Stufe zeigt eine irreversible Komplexbildung mit anodisch erzeugten Quecksilber(II)-Ionen an. K. Cruse.

Die polarographische Bestimmung von Monochlorcyclopentanon bzw. Monochlorcyclohexanon erfolgt nach J.-Ch. Pariaud und C. Perruche[1] am besten in 10^{-2} bis 10^{-4} m Lösung mit 0,1 n bzw. 0,01 n Kaliumchloridlösung als Grundlösung, die 10^{-3} Mol Gelatine und 10^{-6} Mol Thymol im Liter enthält. Das Halbstufenpotential liegt dann für 10^{-3} m Lösung bei — 1,35 bzw. — 1,45 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode, ist nur wenig konzentrationsabhängig und die Stufenhöhe ist der Konzentration linear proportional ($m^{2/3}\, t^{1/6}$ = 2,52 bzw. 2,85 $mg^{2/3}\, sec^{-1/2}$). Versuche mit gepufferten Lösungen liefern weniger gute Stufen, vor allem sind die Stufenhöhen bei p_H = 7 infolge Hydrolyse des substituierten Chlors stark zeitabhängig. Die Reduktion erfolgt irreversibel. K. Cruse.

Polarographische Bestimmung von Jodoso- und Jodobenzol. E. L. Colichman[2] hat gezeigt, daß sich sowohl Jodo- als auch Jodoso-Benzol an der Quecksilbertropfelektrode reduzieren lassen. Werden die zur Polarographie von Jodoniumsalzen[3, 4] verwendeten Versuchsbedingungen [primäre Kaliumphosphat-Natronlaugepufferlösung (p_H 6—11)] eingehalten und werden stets 2% der vorhandenen Depolarisatorkonzentration an Methylcellulose als Maximumunterdrücker zugesetzt, so erhält man reproduzierbar zweistufige Polarogramme, wobei die erste Stufe bei — 0,88 V und die zweite bei — 1,65 V liegt und wobei beide Stufen bei Jodosobenzol etwa die gleiche Höhe besitzen. Jodobenzol liefert die gleichen Stufen, die Höhe der ersten beträgt jedoch stets etwa das doppelte der zweiten. Für beide Substanzen folgt die Verschiebung des Halbstufenpotentials mit der Konzentration im Bereich 0,001—0,004 m Lösungen der Beziehung[5] $(E_{1/2})_{c_2} - (E_{1/2})_{c_1} = 0{,}32 \log (c_1 c_2)^2$. Die Zusammenhänge lassen die Deutung zu, daß Jodo- bzw. Jodosobenzol in erster Stufe zu Jodbenzol reduziert werden (p_H-unabhängige 4- bzw. 2-Elektronenreaktion) und in zweiter Stufe die Reduktion zu Benzol erfolgt (p_H-abhängige 2-Elektronenreaktion). — Sollen beide Verbindungen nebeneinander analysiert werden, so wird der Umstand ausgenutzt, daß Jodosobenzol in 0,05 m Kaliumnitratlösung bei — 0,22 V im Bereich 0,001—0,002 m Lösung mit oder ohne Zusatz von $4 \cdot 10^{-3}$% Methylcellulose eine der Konzentration proportionale anodische Stufe liefert, Jodobenzol jedoch nicht. — Die beobachteten Stufen sind irreversibel.
K. Cruse.

Eine neue qualitative Reaktion auf Lignin mit Kupfernitrat, die eine schnelle und bequeme Orientierung über die Qualität von Papier zuläßt, beschreibt S. N. Beketovskij[6]. Bei Einwirkung einer konzentrierten Lösung von salpetersaurem Kupfer auf ligninhaltige Materialien entsteht nach einigen min eine intensive grüne Färbung (diese Reaktion war zunächst zur S-Bestimmung einiger organ. Verbindungen gedacht). — Verf. untersucht mehrere Proben von Packpapier, Schreibpapier niederer Qualität und Zeitungspapier auf ihren Gehalt an Lignin. Er

[1] C. R. Acad. Sci. (Paris) **238**, 1514—1516 (1954).
[2] Analyt. Chemistry **25**, 1124—1125 (1953). Univ. Portland, Ore. (USA).
[3] Colichman, E. L.: J. Amer. chem. Soc. **74**, 722 (1952).
[4] Colichman, E. L., and H. P. Maffei: J. Amer. chem. Soc. **74**, 2744 (1952).
[5] Die entsprechende Beziehung für die zweite Stufe vgl. Anmerkung 3.
[6] Ž. anal. Chim. **9**, 112 (1954) [Russisch]. Staatl. pädagog. Institut, Rjazanj.

verwendet dabei anfangs 2 n $Cu(NO_3)_2$-Lösung, die soweit verdünnt wird, bis durch einige Tropfen eine kaum sichtbare, aber noch bestimmte und deutliche Grünfärbung erreicht wird (eine 0,001 n Lösung war noch wirksam). Je schlechter die Qualität des Papiers, um so tiefer ist die Farbnuance und umgekehrt. Cellulose ohne Lignin (hydrophile Watte und aschefreies Filterpapier) geben mit dem Reagens Blaufärbung. Die Reaktion zeichnet sich gegenüber den früheren Methoden (mit H_2S, Chlor usw.) durch Einfachheit und Schnelligkeit ohne Entwicklung irgendwelcher flüchtiger und giftiger Stoffe aus. Martha Wildau.

IV. Spezielle analytische Methoden.

3. Auf Pharmazie bezügliche.

Für die Bestimmung von Sulfanilsäure, Sulfanilamid, Sulfanilguanidin und Sulfathiazol empfiehlt K. Sykut[1] die *coulometrische Titration* mit elektrolytisch erzeugtem Brom. Die Titration ist rascher durchzuführen als die übliche bromometrische Bestimmung oder auch als die sonst in Gebrauch befindlichen volumetrischen Verfahren. Zur Feststellung des Titrationsendes dient die von E. H. Swift und Mitarb.[2] angewandte amperometrische Methode. Das Verfahren gestattet, 1 mg der oben angegebenen Stoffe mit einer Genauigkeit von 0,2% zu erfassen. Die Elektrolysezelle besteht aus einem Glasgefäß von 45 mm $\varnothing$ und 60 ml Inhalt. Die Anode, an der die Oxydation zu Brom stattfindet, ist ein glattes Platinblech von 2,5 cm^2 Oberfläche. Die Platinkathode taucht in 2 n Schwefelsäure. Die Verbindung wird durch eine Agarbrücke mit gesättigter KBr-Lösung hergestellt. Zur Indication dient ein Platin-Carborundumelektrodenpaar. Die Stromstärke wird während der Bestimmung mit einem Stabilisierungsgerät, dessen Schaltung angegeben ist, konstant gehalten. Die Zeitmessung erfolgt mit einer elektrischen Stoppuhr auf $\pm$ 0,5 sec genau. — Zur Ausführung der Bestimmung löst man 0,1—0,2 g Probe in einem Meßkolben zur 250 ml-Marke, pipettiert 5 ml der Lösung in die Meßzelle und verdünnt dort mit einer 4%igen KBr-Lösung auf 50 ml. Nach Einstellung auf den optimalen p_H-Wert 2—2,5 mit Salzsäure führt man die coulometrische Titration durch, die etwa 6 min dauert. Die bei Sulfanilguanidin durch Salzsäure bedingte Hydrolyse stört nicht. Die Äquivalentgewichte betragen für Sulfanilsäure, Sulfanilamid und Sulfanilguanidin $^1/_4$, für Sulfathiazol $^1/_6$ der Molekulargewichte.

H. Freytag.

Über die polarographische Bestimmung des 4-Acetaminobenzaldehydthiosemicarbazons (TB) berichtet G. Dušinský[3]. Das bekannte tuberkolostatische Heilmittel [im Handel als *Conteben*, *Tebethion*, *Tibion*, *Aminothiozon*, (*Jenapharm*)], läßt sich dank seiner tautomeren Thiosemicarbazidgruppe polarographisch sowohl an einer anodischen Oxydationsstufe als auch an einer kathodischen Reduktionsstufe nachweisen, wie dies ähnlich auch für das Isonicotinsäurehydrazid[4] beobachtet wurde. Wird kathodisch an der Quecksilbertropfelektrode in 0,001 m Lösung polarographiert, so entstehen Polarogramme mit zwei, in saurer und alkalischer Lösung verschiedenen Stufen. Die Höhe der ersten [$E_{1/2} = (0{,}750 - 0{,}065\ p_H)$ V bei 25° C zwischen p_H 0 und 7] ist bei konstantem p_H-Wert der Konzentration streng

[1] Ann. Univ. Mariae Curie-Sklodowska (Lublin) **6**, 47—61 (1953) [Polnisch] (mit dtsch. Zus.fass.).

[2] Vgl. diese Z. **134**, 38 (1951/52); **141**, 449, 450 (1954).

[3] Pharmazie **8**, 897—903 (1953). Staatl. Inst. Arzneimittelkontr., Preßburg (ČSR).

[4] Anastasi, A., E. Mecarelli u. L. Novacic: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **40**, 113 (1952); vgl. diese Z. **140**, 234 (1953).

linear proportional (bis zu 0,002 m); bei höherem p_H-Wert verschwindet sie und macht der zweiten Platz, die niedriger ist, und deren $E_{1/2}$ oberhalb p_H 9 konstant bei — 1,69 V liegt. Auch die Höhe dieser Stufe ändert sich linear mit der Konzentration. Bis zu p_H 3 entspricht die Stufenhöhe einer 4-Elektronenreaktion, so daß der Nachweis sehr empfindlich ist und bis 5 μg ml ohne besondere Vorsicht gelingt. — Auch bei anodischer Oxydation entstehen im Polarogramm zwei Stufen, die beide vom p_H-Wert und von der Konzentration beeinflußt werden. In 0,1 n Boraxlösung mit p_H 9,25 liegen die Stufen in 0,001 m Lösung bei + 0,08 bzw. — 0,26 V (stets gegen die gesätt. Kalomelelektrode gemessen). Die Stufenhöhen sind auch bei konstantem p_H-Wert der Konzentration nicht linear proportional, so daß nur mit Eichkurven analysiert werden kann. Die negativere Stufe vor allem eignet sich nur zu Messungen in 10^{-5} bis 10^{-4} m Lösungen, da ihre Höhe sich bei höheren Konzentrationen infolge Adsorptionsvorgängen nur noch unmerklich mit der Konzentration ändert.

Zur Analyse werden folgende drei Vorschriften gegeben: 1. Eine Probe entsprechend 0—50 mg TB wird in 20—30 ml 96%igem Alkohol 5 min am Rückfluß zum Sieden erhitzt. Nach dem Filtrieren wird die Lösung auf 50 ml aufgefüllt. 5 ml hiervon werden mit 10 ml Citratpufferlösung (p_H 2—3), 4,7 ml gesättigter Kaliumchloridlösung und 0,3 ml 0,5%iger Gelatinelösung versetzt, durch Stickstoff von Sauerstoff befreit und, von — 0,6 V beginnend, in üblicher Weise polarographiert. — 2. Man kann das Material auch in 50 ml 0,1 n Lithiumhydroxydlösung unter Erwärmen auflösen, filtrieren, mit 0,1 n Lithiumhydroxydlösung auf 100 ml auffüllen, aus dieser Lösung den Sauerstoff entfernen und sie von — 1,4 V an kathodisch polarographieren. — 3. Wird die in 20—30 ml Alkohol gelöste Probe nicht mit Citratpufferlösung sondern mit 0,1 n Boraxlösung so weit verdünnt, daß die TB-Konzentration etwa 0—10 mg% beträgt, so kann nach Entfernen des Sauerstoffs auch bei — 0,6 V beginnend rücklaufend bis zur anodischen Auflösung des Quecksilbers polarographiert werden. — Bei kathodischer Polarisierung erhält man die genaueren Werte. Bei sorgfältiger Analyse wird eine Genauigkeit von 1% erreicht.

K. Cruse.

Zur Bestimmung des Gehaltes an n-Paraffinen sowie Iso- und Ringparaffinen in pharmazeutischen Vaselinen ist nach W. Presting und R. Boenke[1] die Methode von W. Hessler und G. Meinhardt[2] sehr gut geeignet. Das Verfahren wird ausführlich beschrieben. Auf Grund des Gehaltes an n-Paraffinen (der klein sein soll) wird die Vaseline bewertet. A. Kurtenacker.

Falicain. Zur Bestimmung des Lokalanästheticums Falicain (β-Piperidinoäthyl-4-propoxyphenylketonhydrochlorid) benutzt E. Hannig[3] die von H. Vogt[4] beschriebene *Reineckatmethode*. Dabei wird das Falicainreineckat hydrolysiert und der Rhodananteil dieser Verbindung argentometrisch bestimmt.

H. Sperlich.

Die polarographische Bestimmung von Falicain beschreiben H. Bräuniger und H.-W. Raudonat[5] in Fortsetzung ihrer früheren Untersuchungen[6]. *Ausführung.* Man löst die zu untersuchende Substanz in 10 ml 0,1 n NH_4Cl-Lösung und polaro-

[1] Pharmazie **9**, 562—566 (1954).

[2] Fette und Seifen **55**, 441 (1953); vgl. diese Z. **144**, 68 (1955).

[3] Pharmazie **8**, 28—29 (1953). Univ. Halle.

[4] Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **90**, 1 (1951); vgl. diese Z. **134**, 398 (1951 bis 1952).

[5] Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **287**, 109—116 (1954). Univ. Rostock.

[6] Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **287**, 82 (1954); vgl. diese Z. **143**, 155 (1954).

graphiert nach Zusatz von 5 Tropfen einer gesättigten Na_2SO_3-Lösung (zur Ausschaltung des Sauerstoffs) und 5 Tropfen 0,5%iger Gelatinelösung (Tropfgeschwindigkeit an der Capillarelektrode etwa 3 sec). Das Halbstufenpotential liegt (in n NH_4Cl-Lösung) bei −1,34 V. Die Zersetzungsprodukte des Falicains in wäßriger Lösung, nämlich p-Propoxyphenylvinylketon und Piperidin stören die polarographische Bestimmung ebensowenig wie Adrenalin, da alle drei keine polarographische Stufen geben. Die Verf. benutzten das Verfahren zum Studium der Zersetzungsgeschwindigkeit des Falicains in Lösung. H. Kurtenacker.

H. Bräuniger und H.-W. Raudonat[1] zeigen, daß sich die *Zersetzung von Falicain* beim Erwärmen in wäßriger Lösung *papierelektrophoretisch* direkt sichtbar nachweisen läßt, da sowohl Falicain als auch bei der Zersetzung gebildetes Piperidin im elektrischen Feld wandern, nicht aber das zweite Bruchstück, das p-Propoxyphenylvinylketon. — Die Arbeitsvorschrift, die sich auf die Methode von Th. Wieland[2], W. Grassmann[3] und A. Tiselius[4] stützt, ist in einigen Punkten abgewandelt folgende: Auf 2 Glaswannen liegt die feuchte Glaskammer von 30 × 40 × 4 cm, in welcher der mit Phosphatpufferlösung (pH 6) angefeuchtete Streifen von 40 × 5 cm frei liegt, dessen Enden in die mit Pufferlösung gefüllten Wannen tauchen, in denen sich gleichzeitig die Kohleelektroden befinden, die durch ein Glasrohr mit Fritte umgeben sind, so daß Zersetzungsprodukte nicht in die Pufferlösung gelangen. Die Probe, 0,1 ml 1%ige Lösung, wird als feiner Strich aufgebracht, dann wird bei 800 V 1—1,5 Std mit 20 mA elektrolysiert. Unter diesen Bedingungen wandern Falicain 7, Piperidin 8,5 cm in Richtung auf die Kathode, die Vinylverbindung wandert nicht. Der Papierstreifen wird nach dem Trocknen mit einem Gemisch 1:2 von 5 n Kalilauge und 2%iger alkoholischer m-Dinitrobenzollösung besprüht: Falicain und die Vinylverbindung erscheinen als violette Banden, die wegen schnellen Verblassens am besten markiert werden. Das Piperidin kann gesondert durch Besprühen mit 2%iger Benzidinlösung in alkoholischer Essigsäure (10% Eisessig) sichtbar gemacht werden, wenn anschließend 1 Std bei 95° C getrocknet wird. K. Cruse.

Die papierchromatographische Trennung der Lokalanästhetica: Anästhesin, Orthoform, Novocain und Pantocain gelingt nach E. Scheibe[5] unter anderen mit den Lösungsgemischen n-Butanol-Wasser-Eisessig (4 : 5 : 1) oder Isobutanol-35%ige Salzsäure-Wasser (50 : 7,5 : 13,5). Es wird auf Schleicher & Schüllpapier Nr. 2043b aufsteigend chromatographiert. Zum Sichtbarmachen der Flecke dienen Ehrlichs Reagens (2 g p-Dimethylaminobenzaldehyd, 30 g 35%ige Salzsäure, 70 g Wasser) oder Diazotierungsgemisch (0,2%ige Lösung von $NaNO_2$ in 0,1 n Salzsäure + 0,2%ige alkoholische α-Naphtylaminlösung). Die R_f-Werte (in Klammern) in dem zweiten Lösungsmittelgemisch sind: Anästhesin (0,90), Orthoform (0,67), Novocain (0,14), Pantocain (0,33). A. Kurtenacker.

Für den Nachweis von Polamidon in Postonalsuppositorien ist nach W. Hoffmann[6] eine zusätzliche Reinigung nötig, da Postonal die Farbreaktion stört. Dazu werden die Petrolätherauszüge zweimal mit stark verdünnter Kalilauge ausge-

[1] Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **93**, 136—138 (1954). Univ. Rostock.
[2] Angew. Chem. **60**, 313 (1948); Naturwissenschaften **35**, 29 (1948).
[3] Naturwissenschaften **37**, 496 (1950).
[4] Biochem. Z. **320**, 273 (1950).
[5] Wissensch. Zeitschr. d. Humboldt-Univ. Berlin, mathem.-naturwiss. Reihe, II. Jahrg., Heft 5, S. 15—16 (1952/53). Inst. gerichtl. Medizin.
[6] Arzneimittel-Forsch. **3**, 440—441 (1953). Priv.-Lab., Hannover-Kleefeld.

schüttelt und das Polamidon mit wenig stark verdünnter Salzsäure extrahiert. Aus der salzsauren Lösung wird das Pikrat gefällt und weiter wie früher beschrieben verfahren[1].

H. Sperlich.

Ein papierchromatographisches Verfahren zum Nachweis von Adrenalin und seinen Zersetzungsprodukten in pharmazeutischen Präparaten beschreibt J. van Espen[2]. Man chromatographiert aufsteigend auf Whatmanpapier Nr. 1 und verwendet als Lösungsmittel ein Gemisch aus n-Butanol 100 T, Eisessig 10 T, gesättigt (24 Std) mit 1‰iger Lösung von Metabisulfit bis zur Sättigung und 2 ml/100 ml im Überschuß. Das Bisulfit soll das Adrenalin im Verlauf des Aufsteigens am Papier vor Oxydation schützen. Zum Entwickeln der Adrenalinflecke auf den Chromatogrammen wird eine 20%ige methylalkoholische Ammoniaklösung aufgesprüht und sodann im UV-Licht betrachtet. Die Flecke fluorescieren lebhaft gelb. Der Verf. wies Adrenalin neben Novocain einerseits und Ephedrin andererseits nach. Novocain wird in bekannter Weise durch Diazotierung und Kupplungsreaktion entwickelt, Ephedrin nach Gadamer, indem man fünffach verdünnte Fehlingsche Lösung und nach 3 min eine Mischung von Amyl-Äthylalkohol und Schwefelkohlenstoff aufsprüht, wodurch gelbe Flecke entstehen. Die untere Grenzkonzentration zum Nachweis von Adrenalin in einer Lösung wird mit 100 µg/ml angegeben. Chromatographiert man unersetztes Adrenalin in diffusem Licht, so erscheint beim Entwickeln unter der UV-Lampe der gelbe Fleck mit dem R_f-Wert 0,26 erst, wenn vorher Ammoniak aufgesprüht worden war. Im Gegensatz dazu fluoresciert zersetztes Adrenalin im UV-Licht auch ohne NH_3-Behandlung und ergibt R_f-Werte von 0,04. Das Ineinanderübergehen von Adrenalin in seine Zersetzungsprodukte läßt sich papierchromatographisch sichtbar machen, wenn die Zersetzung z. B. durch Einwirkung von Tageslicht auf eine Adrenalinlösung bewirkt wird. Der Verf. zieht den Schluß, daß intaktem Adrenalin der R_f-Wert 0,24 zukomme und ein R_f-Wert 0,04 für zersetztes Adrenalin beweisend sei. Es wird jedoch die Einschränkung gemacht, daß mitunter das zersetzte Adrenalin nur während eines gewissen Zersetzungsstadiums den besagten R_f-Wert 0,04 ergäbe, später jedoch nicht mehr reagiere. Die R_f-Werte des Adrenalins werden durch die Anwesenheit von Novocain wie Ephedrin nur unwesentlich beeinflußt. Der Nachweis in pharmazeutischen Zubereitungen mit öl- oder fetthaltiger Trägersubstanz bereitet keine Schwierigkeiten, nur muß natürlich das Arbeitsverfahren auf den jeweiligen besonderen Fall abgestimmt werden.

H. Christensen.

Über die quantitative Trennung von Cholin und Betain in pharmazeutischen Zubereitungen berichten F. J. Bandelin und R. E. Pankratz[3]. Das Verfahren beruht darauf, daß Cholin aus alkalischer Lösung quantitativ als *Reineckat* gefällt werden kann, wobei Betain in Lösung bleibt. Dieses wird dann aus saurer Lösung als Reineckat gefällt. Methionin und Inosit stören nicht, dagegen wird die Bestimmung von Betain durch einige B-Vitamine wie Pyridoxin und Nicotinsäure beeinflußt. — *Arbeitsweise.* 5 ml einer Lösung, enthaltend je 3 – 8 mg Cholin und Betain, werden im Zentrifugenglas mit 1 ml 25%iger Trinatriumphosphatlösung und 5 ml 2%iger Ammoniumreineckatlösung versetzt. Man stellt 1 Std ins Eisbad und zentrifugiert 10—20 min. Dann wird dekantiert und der Niederschlag mit 2 ml verdünnter Trinatriumphosphat-Reineckatlösung durchgerührt (2 ml gesättigte Ammonium-

[1] Vgl. dazu Hoffmann, W., Arzneimittel-Forsch. **3**, 364 (1953); vgl. diese Z. **141**, 305 (1954).

[2] J. Pharmac. Belgique, N. S. **7**, 531—539 (1952).

[3] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **42**, 442—443 (1953). Flint, Eaton u. Co., Decatur, Ill. (USA).

reineckatlösung in 1 Liter 5%iger Trinatriumphosphatlösung). Man zentrifugiert wieder und vereinigt beide Zentrifugate. Der Niederschlag wird in Aceton zu 10 ml gelöst. Dann mißt man die Extinktion der Lösung bei 525 mμ. — Zur *Bestimmung des Betains* wird das Zentrifugat mit 1 ml 3 n Salzsäure versetzt und 1 Std ins Eisbad gestellt. Dann zentrifugiert man 20 min, dekantiert, trocknet den Niederschlag soweit als möglich mit einer Filtrierpapierrolle und löst ihn zu 10 ml in Aceton-Wasser (75 : 25). Weiter verfährt man wie bei Cholin. Die Berechnung erfolgt mit Hilfe der Extinktionswerte, die man bei einer Parallelbestimmung einer Standardmischung mit je 5 mg Cholin und Betain erhält. Für Cholin kann auch eine Eichkurve verwendet werden, für Betain ist dies nicht möglich, da Betainreineckat wegen merklicher Löslichkeit nicht ausgewaschen werden kann.

H. Sperlich.

Das photometrische Bestimmungsverfahren von Cholin und Cholinderivaten nach G. Samuelsson[1] beruht auf der Beobachtung[2], daß *2, 4, 6-Hexanitrodiphenylamin (Dipikrylamin)* mit Cholin, Acetylcholin und einigen anderen organischen Basen definierte, in Wasser schwer lösliche Verbindungen (Hexylate) gibt, die sich in Aceton mit tiefgelber Farbe lösen. — *Arbeitsweise.* Reagenzien: a) Magnesiumhexylatreagens[3]: 12 g Dipikrylamin werden mit 5 g Magnesiumoxyd gemischt und mit 400 ml Wasser in einen 500 ml Erlenmeyer-Kolben übergespült. Nach gutem Umschütteln läßt man 15—20 Std stehen und filtriert. Die haltbare Lösung ist etwa 3%ig an Magnesiumhexylat. b) Eine bei 0° C gesättigte, wäßrige Lösung des Hexylats der zu bestimmenden Substanz. (Darstellung der Hexylate nach Ackermann und Mauer[2].) *Ausführung.* Zu einer eiskalten, schwach alkalischen, wäßrigen Lösung der Probe, die 0,2—0,4 mg Cholin entspricht und mindestens 0,015%ig ist, gibt man 1 ml Magnesiumhexylatreagens und kühlt 30 min mit Eis. Der Niederschlag wird auf einen Glasfiltertiegel G 4 gesammelt, mit 2mal 5 ml der gesättigten Hexylatlösung ausgewaschen und durch Luftdurchsaugen getrocknet. Dann löst man ihn in Aceton zu 100 ml und mißt die Extinktion der Lösung bei 415 mμ gegen reines Aceton (1 cm-Kuvette). Die Eichkurve (Gerade) wird auf dieselbe Weise mit bekannten Mengen des entsprechenden Cholinderivats aufgestellt. H. Sperlich.

In Fortsetzung ihrer Untersuchungen über Antihistamine[4] beschreibt C. Fossoul[5] colorimetrische Verfahren zur Bestimmung von Antistin, Thenylen, Benadryl, Histaphen, Thephorin und Diparcol. — a) *Bestimmung von Antistin* (E. M.) (Methylimidazolinbenzylanilin). Das Verfahren beruht auf einer Farbreaktion der Substanz mit p-Dimethylaminobenzaldehyd (Reagens: 250 mg p-Dimethylaminobenzaldehyd auf 119,3 g konz. Schwefelsäure, mit H_2O auf 100 ml auffüllen). Nur Ergotamin und Yohimbin stören. — Man löst eine Probe von etwa 0,25 g Antistin in 5 ml H_2O und 2 ml Reagens, hält im verschlossenen Glase (Zinnfolie) bei Dunkelheit während 45 min in siedendem Wasserbad, kühlt dann 5 min unter fließendem Wasser ab und bringt das Volumen mit Wasser auf 10 ml. Die blaue Farbe ist mindestens 2 Std haltbar. Man mißt die Extinktion bei der Wellenlänge 610 mμ des Absorptionsmaximums. Das Beersche Gesetz ist im Bereich von 2 bis 8 mg Antistin/100 ml erfüllt. — b) *Bestimmung von Thenylen, Histadyl* (E. M.) (N-Dimethylaminoäthyl-thenylaminopyridin). Das Verfahren beruht darauf, daß in der Hitze die Substanz mit konz. Schwefelsäure eine violette Färbung ergibt, die

[1] J. Pharmacy Pharmacol. **5**, 239—244 (1953). Apotekens Kontrollab., Stockholm (Schweden).

[2] Ackermann und Mauer, Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **279**, 114 (1943).

[3] Kolthoff, I. M., and G. H. Bendix: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **2**, 95 (1939).

[4] Vgl. diese Z. **138**, 234 (1953).

[5] J. Pharmac. Belgique **7**, 308—331 (1952).

mindestens 4 Std haltbar ist. Ephedrin, Benzedrin, Coffein, Phenacetin und Aspirin stören nicht. – Man behandelt 2,5 mg Thenylen mit konz. Schwefelsäure (p. a.) bis zur völligen Lösung, füllt mit H_2SO_4 auf 100 ml auf, pipettiert 10 ml davon ab und hält in verschlossenem Glase während 45 min in siedendem Wasserbad. Nach Abkühlen unter fließendem Wasser mißt man die Extinktion bei der Wellenlänge 505 mμ des Absorptionsmaximums. Das BEERsche Gesetz gilt im Bereich von 0,5—5 mg Thenylen 100 ml. — c) *Bestimmung von Benadryl* (E. M.) (Dimethylaminoäthylbenzhydryläther). Mit konz. Schwefelsäure geben wenige mg der Substanz eine Gelbfärbung, die sich nach 15 min stabilisiert hat und mindestens weitere 15 min haltbar ist. Aspirin, Phenacetin und Coffein stören nicht. – Man zieht das Präparat, enthaltend etwa 0,5 mg Benadryl, mit Alkohol aus, vertreibt den Alkohol durch Abdampfen und nimmt mit konz. Schwefelsäure in Anteilen von 10 ml auf, um endlich damit auf 100 ml aufzufüllen. Nach 15 min mißt man die Extinktion bei der Wellenlänge 445 mμ des Absorptionsmaximums ($E^{1\%}_{1\,cm} = 1394$). Das BEERsche Gesetz gilt annähernd im Bereich von 0,1—0,7 mg Benadryl 100 ml. – d) *Bestimmung von Histaphen* (E. M.) (Dimethylaminoäthylmono-p-methoxybenzhydryläther). Das Verfahren beruht analog zur Bestimmung von Benadryl auf der Färbung durch konz. Schwefelsäure, wobei die Colorimetrie hier einen wesentlich höheren Extinktionskoeffizienten ergibt, Aspirin, Phenacetin und Coffein stören nicht. — Die Arbeitsweise ist wie bei Benadryl mit 0,5 mg Histaphen 100 ml. Man mißt die Extinktion bei der Wellenlänge 465 mμ des Absorptionsmaximums. (Extinktionskoeffizient $E^{1\%}_{1\,cm} = 1894$; Filter Nr. 601 des Spekker-Colorimeters.) Die Färbung ist mindestens 45 min haltbar. Das BEERsche Gesetz ist im Bereich von 0,1—0,5 mg Histaphen/100 ml erfüllt. — e) *Bestimmung von Thephorin* (E. M.) (Methylphenyltetrahydropyridinden). Eine wäßrige Thephorintartratlösung ergibt mit einem Reagens aus 2,5 mg p-Dimethylaminobenzaldehyd in 100 ml konz. Schwefelsäure (p. a.) eine Färbung, die mindestens 1 Std haltbar ist. — Man pipettiert von einer 25 mg-%igen Thephorinlösung 1 ml in ein Reagensglas ab und gibt unter Eiskühlung bei diffusem Licht mit einer Bürette 2,5 ml vom Reagens tropfenweise zu, hält sodann 45 min in verschlossenem Glase bei Dunkelheit in siedendem Wasserbad, kühlt unter fließendem Wasser ab, füllt mit Wasser auf 10 ml auf und kühlt von neuem. Die Extinktion wird bei der Wellenlänge von 525 mμ des Absorptionsmaximums gemessen. Das BEERsche Gesetz ist hier nicht erfüllt. Die abgelesenen Extinktionswerte müssen über eine Konzentrationseichkurve ausgewertet werden. Es wird angeraten, die Konzentration von 200 mg Thephorin 100 ml nicht zu überschreiten. – f) *Bestimmung von Diparcol* (E. M.) (Diäthylaminoäthylphenothiazin). Die Methode basiert auf einem von Verf. zur Bestimmung des Phenergans angegebenen Verfahren[1]. Es ist anwendbar, wenn Diparcol in Abwesenheit von Phenergan nachgewiesen ist. — Man mißt die Extinktion bei der Wellenlänge 525 mμ des Absorptionsmaximums. Die Färbung ist mindestens 75 min haltbar. Die Adsorption folgt dem BEERschen Gesetz nicht, die jeweilige Heranziehung von Eichkurven ist notwendig. Die Colorimetrierung ist nur bis zu einer Konzentration von 2 mg Diparcol/100 ml erfolgversprechend. H. CHRISTENSEN.

Zur spektralphotometrischen Bestimmung der Acetylsalicylsäure und der Salicylsäure eignen sich nach R. B. TINKER und A. J. MCBAY[2] die Lösungen in Chloroform. Sie sind stabiler als die entsprechenden wäßrigen oder alkoholischen Lösungen, die Maxima ihrer Lichtabsorption sind ausgeprägter. Diese liegen für

[1] J. Pharmac. Belgique **7**, 308—331 (1952).

[2] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit, **43**, 315—317 (1954). College Pharmacy, Boston, Mass. (USA).

Acetylsalicylsäure bei 278 mμ, für Salicylsäure bei 308 mμ. Die millimolaren Extinktionskoeffizienten sind für Acetylsalicylsäure $\varepsilon_{278} = 1{,}340$ ($l \cdot m\,Mol^{-1} \cdot cm^{-1}$) $\varepsilon_{308} = 0{,}01300$ ($l \cdot m\,Mol^{-1} \cdot cm^{-1}$); für Salicylsäure $\varepsilon'_{278} = 0{,}660$, $\varepsilon'_{308} = 3{,}860$ ($l \cdot m\,Mol^{-1} \cdot cm^{-1}$). In Lösungen, die keine anderen absorbierenden Stoffe enthalten, können beide Substanzen nebeneinander bestimmt werden durch Extinktionsmessungen bei 278 mμ und 308 mμ, die in der üblichen Weise mit Hilfe der Determinante $\varepsilon_{278} \cdot \varepsilon'_{308} - \varepsilon'_{278} \cdot \varepsilon_{308}$ ausgewertet werden. In Gegenwart großer Überschüsse von Acetylsalicylsäure, z. B. bei der Prüfung mancher pharmazeutischer Produkte, mißt man die Extinktion bei 278 mμ in 100fach verdünnter Lösung. Zur Auswertung benutzt man dann die Gleichungen (E = gemessene Extinktion) $C_{Ac.Sal.} = 74{,}75 \cdot E_{278} - 0{,}1278 \cdot E_{308}$ und $C_{Sal.} = 0{,}2595 \cdot E_{308} - 0{,}2527 \cdot E_{278}$. Der Bestimmungsfehler ist kleiner als 0,2%. H. Specker.

Für die Bestimmung von Salicylsäure, Salicylamid und Gentisinsäure nebeneinander in pharmazeutischen Präparaten gibt R. Rutkowski[1] ein Analysenverfahren an, bei welchem die beiden ersten Stoffe auf Grund der Reaktion mit Eisen-(III)-salz (Violettfärbung) colorimetrisch und Gentisinat auf Grund seiner reduzierenden Eigenschaften jodometrisch bestimmt werden. 1 Mol Gentisinat bindet bei 25—30 min dauernder Einwirkung eines großen J-Überschusses 3,5 Äqu. Jod. — *Bestimmung von Na-Salicylat.* Man bringt 4 ml des wäßrigen Auszuges der Tabletten oder der Ampullenlösung durch Zugabe von 0,3 ml 8%iger Natriumacetatlösung auf p_H 4, fügt 1 ml Eisen(III)-lösung (1,0 g $Fe(NO_3)_3 \cdot 9\,H_2O$ in 500 ml 1%iger Salpetersäure) zu und mißt die Extinktion bei 500 mμ. Als Vergleich dient eine Standardlösung von 0,1 g Na-Salicylat in 100 ml Wasser. — *Bestimmung von Salicylamid.* Da dieses in Wasser nur zu 0,3% löslich ist, extrahiert man die gepulverte Tablette mit Äthanol. Man verfährt weiter wie oben, benutzt aber als Vergleich eine Lösung von 0,1 g Salicylamid in 100 ml Äthanol. — Tabletten, die *Salicylat und Salicylamid nebeneinander* enthalten, werden nach dem Pulvern 5mal mit je 10 ml wasserfreiem Äther ausgezogen. Das in den Ätherauszügen enthaltene Amid wird nach Abdunsten des Äthers und Lösen in Äthanol wie angegeben bestimmt. Der Rückstand von der Ätherextraktion dient zur Salicylatbestimmung. — Zur *Trennung von Salicylat und Gentisinat* säuert man die wäßrige Lösung der Natriumsalze mit 20%iger Schwefelsäure gegen Kongorot an, extrahiert 4mal mit Chloroform und schüttelt die vereinigten $CHCl_3$-Auszüge wieder mit 0,5 n Natronlauge aus. In der alkalischen Lösung wird nach dem Neutralisieren mit 0,5 n Schwefelsäure gegen Phenolphthalein das Salicylat wie oben bestimmt. Zur Bestimmung des Gentisinats säuert man mit Essigsäure an, versetzt mit einem Überschuß an 0,1 n Jodlösung und titriert nach 25 min den unverbrauchten Jodrest mit 0,1 n Thiosulfatlösung und Stärke als Indicator zurück. Als Vergleich dient eine Lösung von 0,1 g Natriumgentisinat in 100 ml Wasser. — Das Original enthält auch Ausführungsbeispiele für die Trennung der drei Substanzen. K. Söllner.

Die Bestimmung von m-Aminophenol (MAP) in PAS-Natrium führen G. Lavallée und L. Grosjean[2] nach folgendem Verfahren durch: 20 ml einer 3%igen wäßrigen PAS-Na-Lösung werden 18mal mit peroxydfreiem Äther ausgeschüttelt. Die vereinigten Ätherauszüge werden mit Na_2SO_4 getrocknet, abfiltriert und das Trockenmittel mit Äther nachgewaschen. Die Lösung wird nun mit 3 × 15, 3 × 10 und 4 × 5 ml 0,05 n Salzsäure ausgeschüttelt. 5 ml der HCl-Auszüge werden nach Kühlen mit Eis bei 0° C mit 1 ml 1%iger $NaNO_2$-Lösung und 0,5 ml 0,5 n Salzsäure

[1] Arzneimittel-Forsch. 4, 209—213 (1954). Chem. Werke Dr. Rudolf Reiss, Berlin-West.

[2] J. Pharmac. Belgique, N.S., 8, 128—131 (1954). Univ. Lüttich (Belgien).

versetzt und die Diazotierung genau 5 min durchgeführt. Dann setzt man 2 ml einer Lösung von 1% Salicylsäure in 10%iger Sodalösung zu, läßt 15 min bei Raumtemperatur stehen und füllt mit Wasser auf 10 ml auf. Die Extinktion dieser Lösung wird bei 475 mμ spektrophotometrisch bestimmt. Die Genauigkeit des Verfahrens beträgt etwa 95%. In aus dem pharmazeutischen Handel bezogenem PAS-Na ermittelten Verf. 0,0175 bzw. 0,006% MAP. K. Söllner.

Zur Bestimmung von Vitamin C in Arzneimittelgemischen empfehlen F. Freude und N. Kaniss[1] die polarographische Methode, über die bereits von E. Günther[2] und anderen berichtet wurde. H. Sperlich.

Zur Analytik von Rhabarberdrogen machen E. W. Neuhoff und H. Auterhoff[3] unter anderem folgende Angaben: *1. Unterscheidung von Rhapontik- und China-Rhabarber.* 0,5 g Droge werden mit etwa 15 ml Äthanol 15 min am Rückfluß gekocht. Der Auszug wird filtriert und mit Äthanol auf 25 ml aufgefüllt. 20 ml dieser Lösung werden mit wassergesättigtem Butanol chromatographiert (Papier Sch. & Sch. 2043b, Laufzeit 16—20 Std). Im UV-Licht fluorescieren Rhaponticin blau, Anthra-Bestandteile orange bis gelb. *2. Bestimmung von Rhaponticin.* 1 g Droge wird wie vorstehend beschrieben extrahiert. Von der Extraktlösung werden fünfmal je 20 ml nebeneinander chromatographiert. Nach dem Trocknen des Chromatogramms markiert man die Rhaponticinflecken im UV-Licht, schneidet sie aus und extrahiert sie zweimal mit je 50 ml Methanol am Rückflußkühler. Die vereinigten Lösungen werden auf 2—3 ml eingeengt und mit Methanol in ein 5 ml-Meßkölbchen gespült. 1 ml dieser Lösung wird in einem Reagensglas mit 2 ml einer 0,2%igen Lösung von Vanillin in 70%iger Schwefelsäure versetzt. Man erwärmt 1 min im heißem Wasserbad und mißt nach dem Abkühlen die Extinktion der violetten Farblösung (Filter S 53). Der Gehalt an Rhaponticin wird einer Eichkurve entnommen. Das Verfahren eignet sich zur quantitativen *Bestimmung von Verfälschungen des China-Rhabarbers mit Rhapontik-Rhabarber.* H. Sperlich.

Über die Analyse von galenischen Crataeguspräparaten mit Hilfe der Papierchromatographie berichtet A. Denoël[1]. Therapeutisch interessierende Inhaltsstoffe sind die Crataegussäure und das Crataegin, Substanzen glucosidischer Natur. Die Crataegussäure ist ein Gemisch aus α-Crataegussapogenin (Ursolsäure), β-Crataegussapogenin und Oleanolsäure neben anderen Saponinen. Die papierchromatographische Analyse ist schwierig, aber möglich. Als Vergleichssubstanz wird aus der Droge Crataegussäure gewonnen, die sich schon in Spuren mittels Farbreaktion nachweisen läßt, z. B. mit einem Antimon(III)-chlorid-Essigsäureanhydridgemisch. Als bestes Lösungsmittel zur Chromatographie wird Benzol 50 T, Chloroform 20 T, Methanol 20 T, Wasser 5 T verwendet. Die Entwicklung der Chromatogramme erfolgt durch Aufsprühen z. B. einer 5%igen Antimon(III)-chloridlösung in wasserfreiem Chloroform. Rosa Flecke mit R_f-Werten von 0,90—1,0 gelten als für die Sapogenine spezifisch. Es wurde festgestellt, daß Monosaccharide (Ketosen) mit dem Antimonchloridreagens graue Flecke ergeben, was jedoch den Sapogeninnachweis nicht stört. Die Untersuchungen selbst hergestellter Crataegusextrakte ergaben im Gegensatz zur Analyse der Handelspräparate befriedigende Resultate.
H. Christensen.

Die quantitative Bestimmung schwerlöslicher Salze mit Hilfe des Ionenaustausches beschreibt E. Brockmann-Hanssen[5]. Die Einwaage an Salz wird

[1] Pharmazie **8**, 631—636 (1953). Inst. Arzneim.-Prfg., Dresden-Radebeul.
[2] Pharmazie **6**, 577 (1951); vgl. diese Z. **136**, 135 (1952).
[3] Dtsch. Apotheker-Ztg. **1954**, 541—544. Univ. Würzburg.
[4] J. Pharmac. Belgique N. S. **7**, 516—530 (1952). Univ. Lüttich.
[5] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **43**, 307–309 (1954). Univ. San Francisco, Calif.

in einem 125 ml-ERLENMEYER-Kolben mit einer gewogenen Menge Austauscher (Dowex 50-H, 50—100 mesh) und einer gemessenen Menge destillierten Wassers mechanisch geschüttelt. Nach vollendeter Umsetzung filtriert man die Lösung vom Austauscher ab und wäscht diesen und den Kolben mit heißem Wasser aus. Die etwa 100 ml betragende Flüssigkeit titriert man zur Bestimmung der freigemachten Säure mit 0,1 n Natronlauge. Es werden untersucht: Calciummandelat, -phosphate, -citrat und -sulfat, Magnesiumhydrogenphosphat, Bleisulfat und -chlorid, Bariumsulfat, Wismutsubnitrat, -subsalicylat und -citrat. Es werden verwendet 100—600 mg Salz, 5—10 g Austauscher, 25—50 ml Wasser, und es wird 10—180 min lang geschüttelt. Die Übereinstimmung der erhaltenen Werte mit solchen aus anderen Verfahren ist gut. Der Vorteil des Verfahrens liegt in der Schnelligkeit der Ausführung, der Nachteil in der mangelnden Selektivität[1]. R. KLEMENT.

4. Auf Physiologie und Pathologie bezügliche Methoden.

Zur Wasserbestimmung in kleinen Mengen biologischen Materials (5—50 mg Hormon) hat H. SOBEL[2] ein colorimetrisches Verfahren entwickelt, das auf der KARL-FISCHER-Methode beruht. — *Ausführung:* Verdünntes FISCHER-Reagens wird durch Zufügen des konzentrierten Reagenses zu wasserfreiem Methanol bis zur Gelbfärbung bereitet. Die Konzentration der Lösung richtet sich nach der zu bestimmenden Wassermenge und wird durch Messung der Lichtabsorption bei 500 mμ eingestellt (10 ml Reagens + 0,02 ml wasserfreies Methanol, Leerwert: 10 ml Reagens, mit 1 Tropfen Wasser entfärbt). Die Absorption soll für Wassermengen bis 0,4 mg 2,0, bis 0,3 mg 1,5 und bis 0,2 mg und darunter 1,0 betragen (Coleman Junior Spectrophotometer, Standard Coleman Küvette). Zur Aufstellung der Eichkurve werden je 10 ml Reagens mit je 0,02 ml Methanol versetzt, in dem 0,100, 0,200 und 0,300 mg Wasser enthalten sind. Das Untersuchungsmaterial wird mit 10 ml Reagens geschüttelt. Nach dem Zentrifugieren gießt man das überstehende Reagens in die Küvette und mißt die Lichtabsorption wie oben angegeben. H. SPERLICH.

Zur Bestimmung von Kalium in biologischem Material vereinfachten G. PASSARO und W. PASSALACQUA[3] das bekannte Verfahren von B. KRAMER und F. F. TISDALL[4]. Statt auf den Kobaltnitritniederschlag einen Permanganatüberschuß einwirken zu lassen und den unverbrauchten Rest mit Oxalat zurückzutitrieren, empfehlen Verf. die direkte Titration mit Permanganatlösung. Unter den nachstehend angegebenen Bedingungen erhielten die Verf. in 150 Analysen nur Abweichungen von ±0,10 mg% K. — *Ausführung.* Man verfährt nach KRAMER und TISDALL bis zum Auswaschen des zentrifugierten Niederschlages. Diesen übergießt man mit 1 ml 4 n Schwefelsäure, stellt das Rohr $1\frac{1}{2}$ min in ein siedendes Wasserbad und fügt tropfenweise 0,01 n $KMnO_4$-Lösung bis zur bleibenden Rosafärbung zu, wobei man darauf achtet, daß der Niederschlag vollständig gelöst ist und die Temperatur nicht unter 50—60° C sinkt. Parallel wird ein Blindwert der Reagenzien bestimmt. 1 ml 0,01 n $KMnO_4$-Lösung entspricht 0,071 mg K. E. BAERTICH.

[1] Vgl. OSBORN, G. H.: Analyst (London) **78**, 220 (1953); vgl. diese Z. **142**, 60 (1954). — YOSHINO, Y.: Sci. Pap. Coll. Gen. Educat. [Tokyo] **3**, 19 (1953); vgl. diese Z. **142**, 60 (1954).

[2] Analyt. Chemistry **25**, 1756 (1953). Cedar of Lebanon Hosp., Los Angeles, Calif. (USA).

[3] Boll. Soc. ital. Biol. sperim. **29**, 1329—1330 (1953). Univ. Rom.

[4] J. biol. Chemistry **46**, 339 (1921).

R. Belcher und J. W. Robinson[1] bestimmen *Kalium in Mengen von 0,1 bis 2,0 mg*, speziell bei der *Analyse von Blutserum, durch Fällung als 12-Phosphomolybdat*. Nach Zugabe des Reagenses wird bis zur beginnenden Kristallisation eingedampft, die nach dem Abkühlen erstarrte Masse mit verdünnter Salpetersäure aufgenommen und filtriert. Die Methode ist auch für Mengen von 2—20 mg K geeignet und liefert dabei bessere Werte, als das von den Verf. früher beschriebene Verfahren[2]. — *Analysenvorschrift*. Zu 1—20 ml der Lösung, die z. B. durch Behandeln der Blutprobe mit 10%iger Trichloressigsäure erhalten wurde, gibt man 5 ml einer gesättigten wäßrigen Lösung von 12-Phosphomolybdänsäure und 2 bis 3 Tropfen konz. Salpetersäure. Die Lösung wird vorsichtig eingedampft bis eine Trübung entsteht, dann 15 min abkühlen lassen, wobei eine feste Masse entstehen soll; andernfalls muß noch weiter eingedampft werden. Der Rückstand wird mit 20 ml 2%iger Salpetersäure aufgenommen, filtriert, erst mit 2%iger Salpetersäure, dann mit gesättigter KCl-Lösung gewaschen und alkalimetrisch titriert. 1 ml 0,02 n NaOH-Lösung entspricht 0,102 mg K. G. Denk.

Eine neue Methode zur Mikrobestimmung von Natrium im Serum gründen G. Morreale de Castro, R. J. Mora Lara und F. Escobar Del Rey[3] auf die von P. Perez[4] beschriebene colorimetrische Bestimmung von Uran-Ionen mit Chinalizarin. — 0,2 ml Serum füllt man mit 5%iger Trichloressigsäure auf 5 ml auf. Man zentrifugiert, bis die Flüssigkeit völlig klar ist. Zu 0,5 ml gibt man 1 ml der nach A. Albanese und M. Lein[5] bereiteten Zn-Uranylacetatlösung, läßt in der Kälte 12 St stehen und zentrifugiert. Der Niederschlag wird mit 2,5 ml Alkohol (gesättigt mit Na-Zn-UO_2-acetat) ausgewaschen, zentrifugiert und getrocknet. Der Niederschlag wird in 10 ml Wasser gelöst. Zu 0,5 ml fügt man 3,0 ml Wasser und 1,5 ml 0,01%ige alkoholische Chinalizarinlösung. Man colorimetriert bei 620 mμ, nachdem man die wäßrige und alkoholische Schicht (intensiv rosa) erst unmittelbar vor der Messung gemischt hat. Zur Aufstellung der Eichkurve dient eine Lösung von 0,6687 g Tripelsalz in 1 Liter Wasser (1 ml ∼ 10 μg Na). Der mittlere Fehler der Methode liegt bei 1,5%. Irmgard Schweitzer.

Für die flammenphotometrische Bestimmung von Natrium, Kalium, Magnesium und Calcium in physiologischen Geweben und von Calcium in Serum verwendet J. R. Denson[6] ein Beckman-Spektralphotometer, Modell DU, mit Flammenphotometerzusatz, Modell 9200. — 2 g des Gewebes werden getrocknet und zur Entfernung fettiger Bestandteile mit Äther extrahiert. Die trockene, fettfreie Substanz wird bei 500° C verascht, die Asche mit 1 ml konz. Salzsäure versetzt, bis zur Trockne eingedampft und mit 10 ml 0,1 n Salzsäure aufgenommen. Die so bereitete Lösung wird zur Abtrennung von Phosphat durch einen Kationenaustauscher gegeben (Amberlite IR-105) und die absorbierten Kationen anschließend mit 6 n Salzsäure eluiert. Aus dem Austauscher stammendes, zusätzliches Ca muß als Blindwert bestimmt und später rechnerisch berücksichtigt werden. Die erneut zur Trockne eingedampfte Lösung wird zur Analyse auf Ca und Mg mit 10 ml 0,1 n Salzsäure aufgenommen. Für die K- und Na-Bestimmung wird noch 1 : 10 bzw. 1 : 100 mit Wasser verdünnt. — Sera werden 1 : 10 mit Wasser verdünnt, durch den Ionenaustauscher gegeben und unter Anwendung eigens dafür vorbereiteter Eichkurven

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1954**, 49—52. Univ. Birmingham (England).
[2] Anal. chim. Acta **8**, 239 (1953); vgl. diese Z. **142**, 366 (1954).
[3] Laboratorio (Granada) **18**, Nr. 103, 1—8 (1954). C. S. I. C.
[4] An. de Edafología y Fisiología Vegetal **10**, 595.
[5] J. Lab. clin. Med. **33**, 251 (1948).
[6] J. biol. Chemistry **209**, 233—240 (1954). Biochem. Dept., Army Medical Res. Lab. Fort Knox, Kentucky (USA).

analysiert. – Folgende Linien bzw. Banden eignen sich für die Bestimmung: Na 589 mμ, K 768 mμ, Ca 554 mμ, Mg 285,2 mμ. Die Na-, Ca- und Mg-Bestimmungen erfolgen mit einem Elektronenvervielfacher, die K-Bestimmungen mit der rotempfindlichen Photozelle in bekannter Weise. Eine gegenseitige Beeinflussung der Lichtemission aller vier Elemente wird bei den in Geweben vorliegenden Konzentrationsverhältnissen nicht beobachtet. Die Ergebnisse der flammenphotometrischen Analyse stimmen mit den nach colorimetrischen und volumetrischen Verfahren ermittelten innerhalb der Fehlergrenzen überein. H. Zettler.

Die direkte Mikrobestimmung von Natrium, Kalium und Calcium in einer einzigen Probe einer biologischen Flüssigkeit ist nach G. R. Kingsley und R. R. Schaffert[1] möglich, wenn man ein Beckman DU-Flammenphotometer benutzt, das mit einer Photomultiplierröhre ausgerüstet ist, so daß man sehr kleine Schlitzweiten anwenden kann. Die Verf. geben genaue Anweisungen für die Bedienung des Flammenphotometers bei dieser Analyse sowie für die Anfertigung der Standardkurven. Ferner wird die flammenphotometrische *Bestimmung des Calciums in Serum oder Urin* nach Fällung als Oxalat beschrieben. *Ausführung.* Man gibt 1 ml Serum, das 30 min nach Abziehen des Blutes von Zellen befreit wurde, in ein 15 ml fassendes Zentrifugenglas aus Borsilicatglas, das 2 ml dest. Wasser und 1 ml 4%ige Ammoniumoxalatlösung enthält. Falls Urin mehr als 15 mg% Ca enthält, nimmt man nur 0,5 ml zur Analyse. Für die Blindbestimmung fügt man 1 ml 1 n Essigsäure zu einer Mischung aus 1 ml 1 n Ammoniak, 1 ml 4%iger Ammoniumoxalatlösung und 1 ml Wasser. Man läßt die Lösungen 2 Std stehen, zentrifugiert 10 min, gießt die überstehende Flüssigkeit sehr sorgfältig ab, befeuchtet den Rückstand mit 1 Tr. 50%iger Salzsäure, fügt 5 ml 1 n Essigsäure hinzu, erwärmt 5 min in kochendem Wasser und mißt dann bei 625 mμ die Lichtdurchlässigkeit.

Barbara Grüttner.

Calcium. *Über die flammenphotometrische Bestimmung von Calcium in Serum und Urin* berichten P. S. Chen, jr. und T. Y. Toribara[2]. Sie verwenden ein Flammenphotometer nach Weichselbaum-Varney mit einer Leuchtgasflamme als Lichtquelle, einer Elektronenvervielfacherröhre RCA 1 P 21 als Strahlungsempfänger und messen die Bandenemission des Calciums bei 620 mμ. Die Eichung des Gerätes und die Messung der Analysenlösungen (im Verhältnis 1:100 mit Wasser verdünnte Seren und Urine) erfolgen in der üblichen Weise. Die Ca-Werte werden durch 1–6 Millival Na/l um etwa 40%, durch äquivalente Mengen Kalium um etwa 20% erhöht. Zur Ausschaltung der dadurch entstehenden Fehler bestimmen die Verf. den Na- und K-Gehalt der zu untersuchenden Flüssigkeit und stellen ihn bei der nachfolgenden Ca-Bestimmung in Rechnung. Der zu niedrige Ca-Werte vortäuschende Einfluß von Phosphorsäure und deren Ester wird bestätigt. Bemerkenswert ist die Wirkung der in biologischen Flüssigkeiten enthaltenen Eiweiße. Sie heben die Inhibitorwirkung der Phosphate auf die Ca-Emission teilweise auf. So läßt sich der bei Gegenwart von 3,36 μg/ml Phosphat in albuminfreien Lösungen auftretende Fehler von –30% des Ca-Gehaltes durch Albuminzusätze auf –10% herabsetzen. Oxalate, Sulfate, Ammonium und Hydrogencarbonate sollen bis zu Mengen von höchstens 1, 6, 36 und 120 μg/ml keinen Einfluß auf die Ca-Bestimmung ausüben. Seren können im allgemeinen ohne Schwierigkeiten mit einer Genauigkeit von $\pm$1% des Ca-Gehaltes analysiert werden, bei Urinen macht der wechselnde Na-, K- und Phosphatgehalt eine vorherige Abtrennung des Calciums durch Oxalatfällung notwendig. Die Verf. halten trotz der mannigfachen Störeinflüsse die flammenphotometrische Ca-Bestimmung den chemischen Methoden für überlegen.

[1] Analyt Chemistry **25**, 1738–1741 (1953). Univ. u. Clin. Biochem. Lab., Los Angeles.
[2] Analyt. Chemistry **25**, 1642—1644 (1953). Univ. Rochester, N. Y. (USA).

I. MacIntyre[1] berichtet ebenfalls über seine Erfahrungen bei der *flammenspektrophotometrischen Calciumbestimmung in Seren*. Er verwendet ein Gerät mit einer Acetylen-Luftflamme als Lichtquelle, mit dem Monochromator eines Hilger-Spektrophotometers und einer Elektronenvervielfacherröhre RCA 931 als Strahlungsempfänger. Für die Ca-Bestimmung in den 1:10 mit Wasser verdünnten Seren ist die Wellenlänge 423 mμ besonders geeignet, da sich bei einer Spaltbreite von 0,2 mm der Störungseinfluß des Natriums als minimal erweist. Die durch Kationen und Anionen verursachten Störungen sind im allgemeinen gering: Eine Lösung mit 15 Millimol Natriumchlorid schwächt die Emissionsintensität einer Lösung mit 0,25 Millimol Calcium um 1—2%; 2 Millimol Kaliumchlorid erhöhen die Ca-Werte um 1%. Orthophosphat (3 Millimol) und Ammoniak (15 Millimol) vermindern die Ca-Emission um 10% bzw. 5%. Durch 0,5 Millimol Magnesiumsulfat wird die Ca-Emission nicht merklich beeinflußt. Zur Erzielung höherer Genauigkeit werden für die Ca-Eichlösungen Zusätze von 14 Millimol Natriumchlorid und 0,1 Millimol prim. Kaliumphosphat vorgeschrieben, wodurch Schwankungen im Na- und K-Gehalt der Seren ausgeglichen werden sollen. Der Verf. vermutet, daß durch Phosphatzusätze auch die Calciumbestimmung in verdünnten Urinen möglich ist.

H.-U. Riethmüller und A. Bretschneider[2] bestimmen mit einem Zeiss-Flammenphotometer, Modell III, *die Fehlerbreite der flammenphotometrischen Calciumbestimmung in menschlichem Serum und Urin*. Die Eichung des durch eine Preßluft-Acetylenflamme, Interferenzfilter Ca 63 J und Selenphotoelement charakterisierten Gerätes erfolgt nach den üblichen Vorschriften. Die Reproduzierbarkeit der Bestimmungen wird bei 30 aufeinanderfolgenden Einzelbestimmungen gleicher Seren mit $\pm$ 0,9% des Ca-Gehaltes (Standardabweichung) angegeben. Die Untersuchung von 500 verschiedenen Seren nach einem flammenphotometrischen und einem Titrationsverfahren ergibt, daß bei 52 Seren (10,4%) die nach den beiden Verfahren gewonnenen Werte übereinstimmen, bei 170 Seren (34%) liegen die flammenphotometrischen Werte um durchschnittlich 0,55 mg-% höher, bei 278 Seren (55,6%) um durchschnittlich 0,51 mg-% niedriger als die durch Titration bestimmten und als maßgebend angesehenen Ca-Gehalte. Eine Aufgliederung der Seren in normale und pathologische und die danach erneut durchgeführte Berechnung der Fehlerbreiten führt zu dem Ergebnis, daß die Standardabweichungen in der Reihenfolge; normalcalcämische, hypercalcämische und hypocalcämische Seren von $\pm$ 5,5% über $\pm$ 5,9% auf $\pm$ 8,9% ansteigen. Bei der Untersuchung von 100 verschiedenen Urinen wird eine Standardabweichung von $\pm$ 31% festgestellt. Bei Verwendung des beschriebenen, einfachen Gerätes halten deshalb die Verf. die flammenphotometrische Calciumbestimmung in Seren für nur beschränkt anwendbar. Zur Bestimmung des *Urincalciums* ist die Methode *nicht brauchbar*.

H. Zettler.

Calciumcarbonat in biologischem Material. T. Pobeguin[3] beschreibt Möglichkeiten zur Bestimmung der verschiedenen Formen von Calciumcarbonat, speziell für biologische Untersuchungen, Calcit, Aragonit, Vatérite, amorphes Calciumcarbonat und $CaCO_3 \cdot 6H_2O$ können im Polarisationsmikroskop unterschieden werden. Verf. bringt 14 Mikrophotographien der einzelnen Formen, die durch Fällung unter verschiedenen Bedingungen erhalten wurden. — Verunreinigungen sind durch das Spektrum zu erkennen, aufgenommen mit Kohleelektroden zwischen

[1] Biochemic. J. (Proc.) **56**, 43—44 (1954). Postgraduate Med. School, London.
[2] Hoppe-Seyler's Z. Physiol. Chem. **293**, 49—62 (1953). Univ. Tübingen.
[3] Chim. analytique **36**, 203—210 (1954).

2300 und 5800 Å. — Ebenso werden Röntgenspektren und Ultrarotspektren gebracht, auch in Mischungen mit Calciumphosphat, welches gerade bei Lebewesen oft vorhanden ist. G. Denk.

Zur colorimetrischen Calciumbestimmung im Blut empfiehlt A. E. Teeri[1] ein Verfahren, das sich an dasjenige von E. H. Tyner[2] anlehnt. Es besteht in der Messung der Änderung der Farbtiefe einer Chloranilsäurelösung, nachdem sich das entsprechende Calciumsalz abgeschieden hat. Bei der Durchführung wird eine Standardkurve aufgestellt, welche die Beziehung zwischen der Farbtiefe und dem Calciumgehalt aufzeigt. Man erhält sie aus einer Chloranilsäurelösung bestimmten Gehaltes und einer Suspension von Calciumoxalat. Die Fällung des Oxalats im Blutserum geschieht in 2—3 ml Serum im wesentlichen nach E. P. Clark und J. B. Collip[3]. Nach Zugabe einer gemessenen Menge der Chloranilsäurelösung, 4stündigem Belassen bei Raumtemperatur wird filtriert und colorimetriert. Da die Färbung der Chloranilsäurelösung beständig ist, braucht keine bestimmte Dauer vor der Messung eingehalten zu werden. A. Schleicher.

A. E. Teeri[4] verwendet die obige Methode auch zur *halbmikrocolorimetrischen Calciumbestimmung im Blutserum. Ausführung.* 1 ml klares Serum wird mit 1 ml Wasser vermischt, mit 0,5 ml gesättigter Ammoniumoxalatlösung das Calcium in einem 15 ml fassenden, graduiertem Zentrifugenglas gefällt und über Nacht stehengelassen, bzw. 15 min bei 60° C gehalten, um die Fällung quantitativ zu gestalten. Nach dem Zentrifugieren wird die überstehende klare Flüssigkeit vorsichtig abgezogen, der Niederschlag mit 2—3 ml Wasser aufgewirbelt, erneut zentrifugiert und abgezogen. Jetzt nimmt man den Niederschlag mit 5 ml Wasser und 2,00 ml 0,1%iger wäßriger Chloranilsäurelösung auf und läßt mindestens 3 Std bei Raumtemperatur stehen. Man füllt bis zur 15 ml-Marke auf, zentrifugiert und photometriert die überstehende klare Lösung bei 540 mμ. Die Eichkurve stellt man mit Calciumtestlösung (0,02 mg Ca/ml) von 0—0,20 mg Ca unter den gleichen Bedingungen auf. Die Färbung der Chloranilsäurelösung ist beständig. Die Calciumbestimmungen zeigten gute Übereinstimmungen mit den Werten, die titrimetrisch nach E. P. Clark und J. B. Collip[5] gefunden wurden. H. Pohl.

Die komplexometrische Calciumbestimmung im Blutserum ist nach Untersuchungen von A. D. Kenny und S. U. Toverud[6] auch *ohne Abtrennung des Phosphats* möglich, wenn man nach der Methode von F. W. Fales[7] arbeitet und 1 ml menschlichen Blutserums verwendet. Es ergeben sich dabei nämlich Calciumkonzentrationen von 0,42—0,72 mg/100 ml. Diese Konzentration reicht aber zusammen mit dem vorhandenen Phosphat nicht aus, um das Löslichkeitsprodukt des $CaHPO_4$ zu überschreiten. K. Brodersen.

Zur Bestimmung von Calcium in Blutserum und anderen Körperflüssigkeiten haben J.-A. Gautier und P. Pignard[8] die bekannten Komplexonmethoden abgeändert, um Fehler durch teilweises Miterfassen von Magnesium sicherer auszuschalten und den Umschlag des Indicators Murexid bei kleinen Calciummengen

[1] Chemist-Analyst **43**, 18—21 (1954) Univ. Durham, Hampsh. (England).
[2] Analyt. Chemistry **20**, 76 (1948); vgl. diese Z. **130**, 97 (1949/50).
[3] J. biol. Chem. **63**, 461 (1925).
[4] Chemist-Analyst **43**, 43—44 (1954). Univ. Durham, Hampsh. (England).
[5] J. biol. Chemistry **63**, 461 (1925).
[6] Analyt. Chemistry **26**, 1059 (1954). Harvard School, Dental Medic., Boston, Mass.
[7] J. biol. Chemistry **204**, 577 (1953).
[8] Ann. pharmac. franç. **11**, 438—445 (1953). Fac. de pharmacie und Hôtel-Dieu, Paris.

deutlicher zu machen. Statt der häufig angewandten unmittelbaren Komplexontitration der Organflüssigkeiten fällen Verf. zuerst wie H. Flaschka und A. Holasek[1] Calcium als Oxalat aus, lösen dieses in Salzsäure, fügen eine Maßlösung von Komplexon III im Überschuß hinzu und versetzen entweder (bei größerem Ca-Gehalt) mit Natronlauge (p_H > 12), um in Gegenwart von Murexid den Komplexonüberschuß mit eingestellter Calciumlösung zurückzutitrieren (Farbumschlag von Blauviolett nach reinem Rot), oder (bei geringerem Ca-Gehalt) versetzen sie mit Ammoniak (p_H 10), um das überschüssige Komplexon mit eingestellter Nickellösung zu messen, wobei der Umschlag des Murexids von Blauviolett nach rötlichgelb besonders kontrastreich ist. — Da in Organflüssigkeiten nicht alles Calcium ohne weiteres als Oxalat fällbar, sondern teilweise organisch komplex gebunden ist, säuert man zur Spaltung die Proben, z. B. 2 ml *Serum* mit 1 ml 1%iger Essigsäure auf einen p_H-Wert von 5,5 an und läßt 5 min stehen. Man fällt dann mit 0,5 ml 2%iger Ammoniumoxalatlösung, fügt nach weiteren 5 min 0,5 ml 2%iges Ammoniak hinzu, um etwa ausgeflocktes Eiweiß wieder zu lösen, und läßt 1 Std stehen. Danach zentrifugiert man den Niederschlag ab, löst ihn in 0,25 ml n Salzsäure unter kurzem Erhitzen auf dem Wasserbad, gibt 2 ml 0,004 m Lösung von Komplexon III, 1 ml konz. Ammoniak und 2 Tropfen frisch bereitete, gesättigte Murexidlösung in Wasser dazu und titriert mit einer gegen dieselbe Komplexonlösung eingestellten 0,002 m Nickelsulfatlösung auf den Farbumschlag violettchampagnergelb. — *Urin* säuert man mit Eisessig an, um etwaiges Calciumphosphat zu lösen, fällt aus 10 ml den Kalk mit 5 ml 2%iger Ammoniumoxalatlösung aus, zentrifugiert nach 30 min, löst das Calciumoxalat in 1 ml n Salzsäure, fügt 2 ml 0,04 m Komplexonlösung, 0,5 ml 5 n Natronlauge und 4 Tropfen Murexidlösung hinzu und titriert mit einer gegen die 0,04 m Komplexonlösung eingestellten 0,01 m Calciumlösung. Ein auf Zusatz der Natronlauge entstehender geringer flockiger Niederschlag rührt von mitgeschlepptem Mg her, das auf diese Weise unschädlich gemacht wird. — Die Ergebnisse der Methode sind auf ungefähr 2% reproduzierbar. F. Neumann.

Einen Thalliumnachweis in biologischem Material, der Spezifität und Empfindlichkeit vereinigt, hat L. A. Mennucci[2] ausgearbeitet. Die Vorschriften sind hierbei genau einzuhalten, um Störungen durch andere Metalle zu vermeiden. Nach dieser Methode, die zum Thalliumnachweis in inneren Organen wie Leber, Magen, Gehirn, Milz und auch in Blut und Urin angewendet wird, kann man noch 2 µg Tl/g Substanz mit Kaliumjodid-Natriumsulfit und 1 µg Tl/g Substanz mit Dithizon erfassen. *Arbeitsvorschrift.* Man schließt etwa 0,5 ml (bei der Halbmikromethode 0,3—0,5 ml, bei der Mikromethode 0,03—0,05 ml) Substanz mit 0,2—0,3 ml konz. Salpetersäure und 0,1—0,2 ml konz. Schwefelsäure auf, bis Schwefelsäurenebel entweichen und wiederholt das Abrauchen nach Zugabe von 0,1—0,2 ml Perchlorsäure (D 1,67), bis die Dämpfe verschwinden. Der Prozeß muß gegebenenfalls wiederholt werden. Bei säureunlöslichen Substanzen geht eine Schmelze mit einigen mg Natriumcarbonat und Kaliumnitrat voraus. Zur aufgeschlossenen Substanz werden 0,1—0,2 ml Wasser und 0,5—1 ml eines Gemisches von konz. Salzsäure-Bromwasserstoffsäure zugegeben und bis zum Auftreten von Nebeln eingeengt (2—3mal wiederholen). Dann löst man in 0,1—0,2 ml Wasser, bringt die Lösung (mit oder ohne Niederschlag) mit 0,2—0,3 ml 6 m Salzsäure und 0,05—0,1 ml 7 m Salpetersäure zum Sieden und extrahiert nach Abkühlen mit dem doppelten Volumen Äther, was man 2—3mal wiederholt. Dann wäscht man die Ätherphase mit 0,2—0,4 ml 6 m Salz-

[1] Hoppe-Seiler's Z. physiol. Chem. **288**, 244 (1951); vgl. diese Z. **137**, 319 (1952/53).

[2] An. Asoc. quím. argent. **41**, 11—22 (1953), Univ. Nacion. Eva Perón, Buenos Aires (Argentinien).

säure und 0,1—0,3 ml 4 m Ammoniumfluoridlösung bis zur Beseitigung der Gelbfärbung (Au, Fe, $Cr_2O_7^{2-}$, Tl). Wenn die Gelbfärbung nicht verschwindet, wird mit 0,1 ml 9 m Schwefelsäure bis zur Nebelbildung eingeengt (Vorsicht! Äther), in 0,2—0,3 ml Wasser aufgenommen, mit wenigen cg Na_2SO_3 oder $(NH_4)_2SO_3$ bis zum Sieden erhitzt, zentrifugiert und die Lösung abgezogen. Anschließend wird mit Salpeter- und Salzsäure oxydiert, gekühlt und die Ätherextraktion und das Nachwaschen wie oben durchgeführt. Den Ätherextrakt versetzt man mit 1—2 Tropfen Wasser und einigen cg Na_2SO_3 bis zur Sättigung, gibt 1—2 Tropfen 0,5 m KJ-Lösung zu und schwenkt ½ min um. Eine gelbe Färbung der Ätherschicht oder ein gelber Niederschlag von TlJ in der Zwischenschicht ist ein positiver Thalliumnachweis. Bei zweifelhafter Reaktion gibt man 1—2 Tropfen 4 m NaOH-Lösung, 5—6 Tropfen 2 m KCN-Lösung und 1 Tropfen frisch bereiteter 0,005%iger Dithizonlösung in Chloroform zu, schüttelt ½ min, dekantiert und beobachtet die Ätherphase. Falls keine Färbung eintritt, gibt man noch einen Tropfen Dithizonlösung und KCN-Lösung zu und schwenkt um. Eine schwache Rosafärbung entspricht einer Tl-Menge unter 2 μg. Bei größeren Mengen tritt beim ersten Tropfen Rotfärbung und beim Umschütteln Entfärbung ein, jedoch erscheint die Rotfärbung bei erneuter Zugabe wieder, außerdem tritt ein gelber Niederschlag von TlJ in der Zwischenphase auf. Irmgard Schweitzer.

Blei. H. M. Irving und E. J. Butler[1] bestimmen Spuren von *Blei in biologischem Material durch Messung der Lichtabsorption des Dithizonats*. Nach dem nassen Veraschen wird das Blei mit Dithizon extrahiert, wobei auch ein Teil des Wismuts mitgeht. Die Lichtabsorption A_m setzt sich zusammen aus der des Bleidithizonats, des freien Dithizons und gefärbter Verunreinigungen nach: $A_m = \varepsilon_r \cdot C_r + \varepsilon_c \cdot C_c + \Sigma\, \varepsilon_i \cdot C_i$, wobei C_c die Konzentration an Bleidithizonat, C_r an freiem Dithizon und C_i der Verunreinigungen ist; ε sind die zugehörigen Extinktionskoeffizienten. Durch Schütteln mit der wäßrigen Lösung eines Reagenses, welches das Bleidithizonat zersetzt, geht das Blei in die wäßrige Phase, das Dithizon in die organische, wodurch die Konzentration an freiem Dithizon darin um 2 C_c steigt. Die nun gemessene neue Absorption ist dann $A_r = \varepsilon_r \cdot C_r + 2\,\varepsilon_r \cdot C_c + \Sigma\, \varepsilon_i \cdot C_i$; die Differenz $A_r - A_m = (2\,\varepsilon_r - \varepsilon_c) \cdot C_c$ ist proportional der Konzentration an Blei. Man kann auf diese Weise bis zu 2 μg Pb neben 20 μg Bi und 100 μg Cu und Zn bestimmen. Die größte Empfindlichkeit liegt bei 620 mμ. — *Ausführung.* Die Probe (5—20 ml bei Flüssigkeiten, 100—500 mg bei festen Substanzen) wird mit 1 ml konz. Schwefelsäure, 2 ml konz. Salpetersäure und 5 ml 70%iger Überchlorsäure, unter Umständen unter weiterem Zusatz von Salpetersäure, erhitzt, bis eine farblose Flüssigkeit entsteht. Nach dem Abkühlen versetzt man mit einer 50%igen Lösung von Citronensäuremonohydrat, die mit Ammoniak gegen Phenolrot neutralisiert ist, und zwar bei Gewebe und Blutproben mit 5 ml, bei Knochen und Urin mit 10 ml. Dann gibt man Ammoniak hinzu, bis der Indicator rot wird, setzt im Scheidetrichter 3 ml einer 5%igen KCN-Lösung und bei Blut und Leberpräparaten noch 1 ml einer 20%igen Hydroxylammoniumchloridlösung hinzu und schüttelt nun so oft mit jeweils 2 ml einer Lösung von 25 mg Dithizon in 1 Liter CCl_4, bis die Auszüge die unveränderte grüne Farbe des Dithizons zeigen. Die organische Phase wird nun zur Entfernung der Hauptmenge des Wismuts in einem 20 ml Scheidetrichter mit 5 ml einer 0,03%igen Salpetersäure geschüttelt. Das Blei wird dann wieder extrahiert mit einem Gemisch aus 3 ml Dithizon in CCl_4 gelöst (12,5 mg/l), 1 ml einer 20%igen ammoniakalischen Citratlösung, 1,5 ml einer 5%igen KCN-Lösung und 2,5 ml einer 2%igen Salpetersäure; der p_H-Wert der

[1] Analyst (London) **78**, 571—580 (1953). Inorg. Chem. Lab. Oxford und Radcliffe Infirmary, Oxford (England).

wäßrigen Phase soll 8—9 sein. Von der organischen Phase wird die Lichtabsorption mit λ = 620 mμ bestimmt (A_m), dann das Bleidithizonat durch Schütteln mit 2 ml einer 0,03%igen Salpetersäure zersetzt und wieder die Lichtabsorption der organischen Phase gemessen (A_r). — Bei allen Reagenzien und Geräten ist peinlichst auf Metallfreiheit zu achten. Die Eichkurve wird ebenso, aber mit bekannten Bleimengen aufgenommen. Mit den verwendeten Reagenzien muß ein Blindwert bestimmt werden. G. Denk.

Zur polarographischen Bestimmung kleinster Bleimengen in biologischen Materialien schlagen R. Portillo und P. Sanz-Pedrero[1] folgende Arbeitsweise vor. 10—20 g der möglichst gründlich homogenisierten Probe werden in einem Kjeldahl-Quarzkolben mit 40 ml Schwefel-Salpetersäuremischung (1 : 1) aufgeschlossen, bis alles organische Material zerstört ist und die Probe in der Wärme leicht gelb, in der Kälte farblos erscheint. Die Lösung wird dann im Quarztiegel auf dem Sandbad bis zur Trockene eingeengt und falls die Substanz noch gefärbt ist, bei 450° C im Muffelofen gehalten. Mit 5 ml einer 18%igen Ammoniumcitratlösung (p_H 5—6) wird der weiße Rückstand bei 70° C unter Umrühren extrahiert, filtriert und mit Wasser nachgewaschen. Das Filtrat wird auf 10 ml aufgefüllt. Die polarographische Bestimmung erfolgt mit einer Gesamtflüssigkeitsmenge von 2,2 ml. Zu der Grundlösung von 0,1 n Na_2SO_3- und 0,02 n NaOH-Lösung gibt man verschiedene Mengen (0,1—0,6 ml) der zu untersuchenden Probe und einmal 0,3 ml, die übrigen Male je 0,1 ml einer Bleinitratlösung (5 μg Pb) als innerem Standard. Man arbeitet in dem Bereich von — 0,2 bis — 0,6 V. Aus den Stufenhöhen der zwei Proben mit verschiedenem Standardzusatz ermittelt man die einer bestimmten Bleimenge entsprechende Stufenhöhe. Die übrigen Versuche ergeben den unbekannten Bleigehalt. (Die Stufenhöhe nimmt mit dem Bleigehalt linear zu.) Die Fehlergrenze bei den Bestimmungen von 5—10 μg Blei betrug 0,4%. Irmgard Schweitzer.

Nitrat. S. J. Mellette, W. A. Brodsky und L. Palmer jr.[2] veröffentlichen eine Schnellmethode zur Bestimmung von *Nitrat in biologischen Flüssigkeiten wie Plasma und Urin*. Die Methode beruht auf der *spektrophotometrischen Bestimmung* des gelben Farbkomplexes, der sich aus *Nitrat und Brucin* unter den unten angegebenen Bedingungen bildet. *Arbeitsvorschrift.* Zu 0,5 ml nitrathaltigem *Plasma* gibt man in einem 25 ml-Meßkolben 5 ml destilliertes Wasser und 0,5 ml 1%ige Sodalösung, schüttelt durch, fügt anschließend 2,5 ml 5%ige Hg Cl_2-Lösung zu und füllt mit dest. Wasser zur Marke auf. Man schüttelt gut durch, zentrifugiert und verwendet 1 bis 2 ml der überstehenden, proteinfreien, klaren Lösung. *Urin* verdünnt man mit dest. Wasser bis zu einer Konzentration von 5 bis 30 μg Nitrat je ml und verarbeitet 1 bis 2 ml der verdünnten Lösung weiter. Ein Harnstoffgehalt unter 500 mg/100 ml stört die spätere Reaktion nicht. Da das Volumen der so vorbereiteten Flüssigkeiten zur Weiterverarbeitung genau 2 ml betragen soll, gibt man gegebenenfalls noch dest. Wasser zu. Dann fügt man rasch 5 ml einer frisch bereiteten Brucinlösung zu (1 mg Brucin je ml konz. H_2SO_4), rührt durch, gibt nach 5 min 5 ml Wasser zu, schüttelt durch und kühlt 10 min in einem Wasserbad von Zimmertemperatur. Anschließend wird im Spektrophotometer gegen dest. Wasser bei einer Wellenlänge von 440 A gemessen. Gleichzeitig bestimmt man den Blindwert, indem man die Reagenzien zu 2 ml Wasser hinzufügt. Zur Aufstellung einer Eichkurve verwendet man eine KNO_3-Standardlösung, die 5 g KNO_3 auf 1 l Wasser (3,07 mg NO_3 je ml) enthält. Die gelbe Farbe ist 30 min

[1] An. Real. Soc. españ. Física Quím., Ser. B, 47, 413—418 (1951). Inst. de Quím. Fís. „A. de Rocasolano", Facultad de Farmacia.

[2] J. Labor. clin. Med. 41, 963—967 (1953). Univ. Louisville, Ky. (USA).

lang beständig. Die Erfassungsgrenze beträgt 5 –30 μg. — Nitrit stört die Bestimmung, da es ebenfalls einen Farbkomplex bildet. Man zerstört Nitrit vor der Nitratbestimmung durch Zugabe von 0,5 ml 1%iger Ammoniumsulfaminatlösung zu 1,5 ml der Probe und wertet nach einer besonderen, gleichartig hergestellten Eichkurve aus. Die Fehlerbreite beträgt 2—4%. DORIS HEILIGMANN.

Für die Nitratbestimmung im pflanzenphysiologischen Versuch hat D. MUNSCHE[1] die *polarographische Bestimmung* nach I. M. KOLTHOFF, W. E. HARRIS und G. MATSUYAMA[2], die sogenannte Uranylmethode, anzuwenden versucht und dabei festgestellt, daß sie bei wäßrigen Pflanzen- und Blattextrakten (im siedenden Wasser) bei Gegenwart hochmolekularer Stoffe, insbesondere von Polypeptiden, peptisiertem Eiweiß, Peptonen oder anderen Biokolloiden, Störungen unterliegt, d. h. daß die Nitratstufe unter solchen Umständen unterdrückt wird. Die Störungen können in der Regel durch Filtration der Extrakte durch Wofatit F als starkem Kationenaustauscher (20 × 1,5 cm große Säule aus vorgequollenem Wofatit, Regenerieren der Säule mit 5 n Salzsäure) beseitigt werden. Als unter allen Umständen wirksame Beseitigung der Störungen wird empfohlen, die Extrakte zunächst mit überschüssiger Uranylacetatlösung zu fällen — Anlagerungsverbindungen oder andere Reaktionsprodukte der Störsubstanzen mit dem Uranyl-Ion können dann den Uranylzusatz im Filtrat nicht mehr unwirksam machen — und anschließend durch Wofatit F zu filtrieren. Nitrate werden vom Wofatit nicht adsorbiert.

Zur Polarographie werden 2 ml Probelösung mit 3 ml Grundlösung (0,1 n Salzsäure, $6{,}6 \cdot 10^{-5}$ n Uranylacetatlösung) vermischt, 5 min mit Stickstoff durchlüftet und bei —0,8 V beginnend polarographiert (Eichkurve mit 0—6 mg l Nitratstickstoff). Ammonium-Ion, Chlorid und Sulfat in den in üblicher Weise im Extrakt enthaltenen Konzentrationen stören nicht. Auch konnten keinerlei Störungen durch geringe Mengen Oxalat, Citrat, Tartrat oder Phosphat beobachtet werden. Zucker stört nicht, Stärke und Agar erst in hohen Konzentrationen. Gegenüber Bestimmungen nach der Xylenolmethode gelingt die Analyse im Bereich von 4—120 mg% Nitratstickstoff im Frischgewicht auf wenige Prozent genau. Das Verfahren wird bei der Untersuchung der Nitrataufnahme von Bodenkeimlingen, bei der Nitratreduktion durch Bakterien und bei Bodenuntersuchungen angewendet. K. CRUSE.

Zur Mikrobestimmung von Phosphor in biologischem Material wird von H. W. HARVEY[3] die organische Substanz durch Erhitzen mit 0,2 ml Schwefelsäure (1 : 1) und 1 Tropfen Perhydrol zerstört. Die mit 0,6 ml Wasser auf eine Säurekonzentration von 5 n verdünnte Lösung wird kurz gekocht, um Pyrophosphorsäure in Orthophosphorsäure überzuführen. Dann gießt man in 100 ml Wasser ein und versetzt mit 0,75 ml Na_2SO_3-Lösung (33 g $Na_2SO_3 \cdot 7\,H_2O$ in 100 ml Wasser) zur Zerstörung des überschüssigen Wasserstoffperoxyds sowie 2 ml Molybdänsäurelösung (10 g Ammoniummolybdat in 100 ml Wasser, zugefügt zu einem Gemisch von 130 ml konz. H_2SO_4 und 170 ml Wasser). Nach 3 min wird ein Volumen an $SnCl_2$-Lösung dazugegeben, das 2 mg Sn enthält (Bestimmung durch vorherige Titration mit 0,033 n Jodlösung). 5 –7 min danach wird die Intensität der entstandenen blauen Färbung mit Rotfilter gemessen. Es können 1—70 μg Phosphor bestimmt werden. Durch Kupfer können Störungen auftreten. K. HINSBERG.

---

[1] Z. Pflanzenernähr., Düng., Bodenkunde **62**, 229—239 (1953). D. Akad. Wiss., Gatersleben.

[2] J. Amer. chem. Soc. **66**, 1782 (1944); vgl. diese Z. **129**, 287 (1949).

[3] Analyst (London) **78**, 110—114 (1953). Lab. Citadell Hill, Plymouth (England).

Chrom. *Zur Bestimmung von Chrom in Organen* von Kaninchen wird von M. V. Alekseeva und V. I. Belozerskaja[1] die spektralanalytische Methode angewandt. Die Proben der zu untersuchenden Organe werden bei 105° C getrocknet und bei 450° C verbrannt. Die Analyse erfolgt unter Verwendung der Chromlinie 2677,16 Å. Als Lichtquelle dient ein Wechselstrombogen zwischen 2 Kohleelektroden, die Elektrodenentfernung beträgt 2 mm, die Stromstärke 5 A, die Entfernung der Lichtquelle vom Spalt 50 cm, die Spaltweite 0,005 mm; zwischen beiden befindet sich ein sphärischer Kondensor, die Belichtungszeit der 7 nach H und D empfindlichen Platten ist 60 sec. Es wird die Methode der 3 Standarde angewendet. Sie bestehen aus einem Gemisch der Phosphate und Chloride von Ca, K, Na und Mg, ähnlich der mineralischen Zusammensetzung des zu untersuchenden Organs. Die untere Elektrode wird mit einer mit Kollodium bestrichenen Vertiefung versehen, in welche 20 mg Salzgemisch und Dichromatlösung mit 0,1, 0,01 und 0,001% Cr-Gehalt eingefüllt werden. Zur Herstellung der Eichskala werden die Standarde mehr als 70mal aufgenommen. Nach der beschriebenen Methode können qualitativ bis 0,0001% Cr, d. h. 0,02 μg in 20 mg Einwaage nachgewiesen werden, während quantitativ bis 0,001%, d. h. 0,2 μg in 20 mg bestimmt werden können. Die Bestimmung erfolgt mit 20 mg Asche. In den Organen der Kontrollkaninchen wurden 0,0001—0,001% Cr festgestellt. Die höchsten Mengen Chrom wurden in Leber, Nieren, Dünndarm, Harnblase und Hüftknochen gefunden. A. Trofimow.

Über die photometrische Chromoxydbestimmung als Chromat stellten A. Schürch, J. Barboriak und M. Findrik[2] Versuche an. Chromoxyd wurde mit Natriumperoxyd geschmolzen. Die erhaltene Chromatlösung (120 mg Cr_2O_3 je Liter) besitzt zwischen 380 und 400 mμ ein Absorptionsmaximum. Das Beersche Gesetz ist weder bei 375 mμ noch bei 390 mμ erfüllt. Nur im Bereich von 0—14 mg Cr_2O_3 je Liter besteht eine Annäherung an eine lineare Beziehung. Für diesen Bereich und für die Wellenlänge 375 mμ hatten L. M. Dansky und F. W. Hill[3] früher die Gültigkeit des Beerschen Gesetzes angenommen. A. Schürch u. Mitarb.[1] empfehlen, die Messungen bei 390 mμ (nicht wie früher[4] vorgeschlagen bei 420—440 mμ) vorzunehmen und den Gehalt einer Eichkurve zu entnehmen. — Chromoxyd diente den Verfassern als *Leitsubstanz bei Verdauungsversuchen* an Kaninchen. Die Cr_2O_3-Bestimmung erfolgte in der *Futter- bzw. Kotasche* nach dem Schmelzen mit Natriumperoxyd[4]. H. Pohl.

Chlorid. *Zur Bestimmung in biologischem Material* beschreibt M. Chanin[5] ein *potentiometrisches Schnellverfahren*. Ausgehend von der Überlegung, daß die Potentialdifferenz der Kette Quecksilbersulfatelektrode — Elektrolytbrücke mit Kaliumsulfat — Silber-Silberchloridelektrode von der Chlor-Ionenkonzentration abhängig ist, wird einfach die Potentialdifferenz der Probe und der in bekanntem Verhältnis verdünnten Probe (stets bei p_H 7 in gepufferter Lösung) an der Silberelektrode gemessen und mit einer E, log c-Eichgeraden verglichen, so daß Änderungen in der Anordnung weitgehend eliminiert werden. Die Beckman-Silber-Silberchloridelektrode wird zu jeder Messung neu chloriert (nach mechanischer Reinigung und Behandeln mit verdünntem Ammoniak wird mit 1,5 V in gesättigter

[1] Gig. i San. (Hyg. u. Sanitätswes.) **1953**, H. 5, 53—55 [Russisch]. Wiss. sanit. Inst., Erisman.

[2] Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **45**, 66—70 (1954). Zürich.

[3] J. Nutrition **47**, 449 (1952).

[4] Schürch, A. F., L. E. Lloyd u. E. W. Crampton, J. Nutrition **41**, 629 (1950); Schürch, A. F., E. W. Crampton, S. R. Haskell u. L. E. Lloyd, J. Animal Sci. **11**, 261 (1952); Schürch, A., Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. **43**, 335 (1952).

[5] Science (Lancaster, Pa.) **119**, 323—324 (1954). Med. Center, Duarte, Calif.

Kaliumchloridlösung 20 sec elektrolysiert; nicht trocknen lassen). — Es wurden Analysen in *Blutserum*, *Muskelgewebsextrakten* und *Urin* ausgeführt. Die Potentialdifferenzen waren stets konstant.

Zur polarographischen mikroanalytischen Bestimmung von Chlorid in biologischen Flüssigkeiten ist nach O. Těluplová-Krestýnová und F. Šantavý[1] die direkte Polarographie der Flüssigkeiten in 0,1 n Schwefelsäure das einfachste und gleichzeitig beste Verfahren. Wie Vergleichsmessungen ergaben, ist das vorherige Enteiweißen nach W. J. Zimmermann und W. M. Layton[2] nicht erforderlich, da Eiweiß in den üblichen Mengen die Chloridstufenhöhe nicht beeinflußt. Auch ist ein großer Gelatinezusatz nach Doberenz[3] überflüssig und erhöht die Genauigkeit im übrigen nicht. — Die Polarographie einer im Verhältnis 1 : 99 mit 0,1 n Schwefelsäure verdünnten Probe, von + 0,4 V beginnend, gegen etwas Bodenquecksilber aufgenommen, lieferte bei 16 Blutserumproben Durchschnittswerte, die mit Werten nach der Titrationsmethode von K. Lang[4] und der polarographischen Bestimmung nach Enteiweißen fast identisch sind. Die Auswertung ist auch dann zuverlässig möglich, wenn von 0 V beginnend zu positiveren Potentialen polarographiert wird und auch wenn nicht in üblicher Weise mit Stickstoff belüftet wird, wodurch der Verlauf des Diffusionsstroms hinter der Chloridstufe horizontal gestaltet wird. Die Stufenhöhe ist der Konzentration streng linear proportional, so lange der Chloridgehalt unter 0,004 m bleibt. Wohl muß auf Temperaturkonstanz geachtet werden, da der Temperaturkoeffizient des Diffusionsstroms zwischen 15 und 25° C 1,66% beträgt. — Die Ergebnisse stützen sich auf achtjährige klinische Erfahrungen an Serienanalysen und an wissenschaftlichen Einzelanalysen. K. Cruse.

Zur gleichzeitigen Bestimmung von Eisen und Kupfer im Serum führen S. Ventura und J. C. White[5] Eisen in den α,α'-Dipyridylkomplex und Kupfer in den Diäthyldithiocarbaminatkomplex über. Der Kupferkomplex wird dann ausgeschüttelt[6]. *Arbeitsvorschrift:* 4 ml Serum werden nach S. Ventura und E. J. King[6] enteiweißt. 5 ml des Filtrats werden mit Ammoniak und Salzsäure gegen p-Nitrophenol (farblos) neutralisiert, man setzt 0,5 ml eines Essigsäure-Natriumacetatpuffers vom p_H-Wert 4,4 hinzu und reduziert das Eisen mit 0,5 ml 2%iger Hydrochinonlösung in Wasser, die außerdem 0,1% Ascorbinsäure enthält. Dann fügt man 5 Tr. 1%ige α,α'-Dipyridyllösung hinzu. Die Extraktion des Kupfers aus dieser Lösung nach Zusatz von 1 ml 0,1%iger Natriumdiäthyldithiocarbaminatlösung erfolgt nach der früher[6] beschriebenen Methode. Die optische Dichte des Kupferkomplexes wird bei 440 mμ gemessen. Die optische Dichte des Eisenkomplexes in der wäßrigen Schicht wird nach Auffüllen auf 10 ml bei 520 mμ aufgenommen. Man mißt in gleicher Weise eine Blindlösung und eine Standardlösung mit je 1,5 μg/ml Eisen und Kupfer. Barbara Grüttner.

Die Eisenbestimmung im Blutserum nach Heilmeyer[7] mit o-Phenanthrolinhydrochlorid ist nach H. Kathen[8] nur deshalb möglich, weil im Blutserum Citro-

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1954**, 64—71. Palacký-Univ., Olmütz (ČSR).

[2] J. biol. Chemistry **181**, 141 (1949); vgl. diese Z. **133**, 441 (1951).

[3] Doberenz, W. E., L. T. Iseri, B. Zak and A. J. Boyle: Amer. J. Clin. Pathol. **22**, 1207 (1952).

[4] Biochem. Z. **290**, 289 (1937); vgl. diese Z. **118**, 68 (1939/40).

[5] Analyst (London) **79**, 39—42 (1954). Postgraduate Med. School, London, W. 12.

[6] Biochemic. J. **48**, LXI (1951); vgl. diese Z. **135**, 312 (1952).

[7] Heilmeyer, L., u. K. Plöttner: Das Serumeisen und die Eisenmangelkrankheit, Verlag Fischer, 1937.

[8] Biochem. Z. **325**, 491—496 (1954). Bundesanst. Qualitätsforsch. pflanzl. Erzeugn., Geisenheim/Rh.

nensäure und vielleicht auch Weinsäure vorkommt und deshalb im Serumfiltrat ein löslicher Eisenkomplex vorliegt. Will man eine Eisenbestimmung auf diesem Wege in *pflanzlichem oder tierischem Gewebe* nach trockener Veraschung durchführen, dann muß man zur Lösung etwas *Weinsäure zufügen*, um Eisen komplex in Lösung zu halten. Bei Verwendung von Citronensäure ergaben sich bei allen Versuchen stets zu niedrige Eisenwerte. K. Brodersen.

Zur spektrophotometrischen Bestimmung des Serumeisens ist nach den Angaben von R. E. Peterson[1] die spezifische Extinktion bei Verwendung von 4,7-Diphenylphenanthrolin am höchsten (22400), für Phenanthrolin beträgt sie bloß 11000 und für Dipyridyl 8000. Man verwendet das Reagens in 0,0025 n Lösung in Isoamylalkohol. 1 oder 2 ml Serum werden mit eisenfreiem Wasser auf 6 ml aufgefüllt und mit 2 ml 20%iger Trichloressigsäure und Thioglykolsäure enteiweißt. Die Mischung bleibt 5—10 min stehen, wird dann 10—15 min auf 90—95° C erwärmt, zentrifugiert und die überstehende Lösung abgegossen. Der Rückstand wird auf der Zentrifuge in gleicher Weise mit Trichloressigsäure und Thioglykolsäure extrahiert, wobei sich ein p_H-Wert von 4—5 einstellt. Dann setzt man 2 ml Diphenylphenanthrolinlösung zu, gibt noch 4 ml Isoamylalkohol dazu, schüttelt mindestens 25 mal und colorimetriert die alkoholische Schicht bei 535 mμ. Das Beersche Gesetz ist bis zu 9 μg Eisen erfüllt, sofern je μg 0,5 ml Reagens genommen werden. Natrium, Kalium, Calcium und biologisch vorkommende Anionen stören nicht. Der gelbe Kobaltkomplex wird nicht extrahiert, der Kupferkomplex ist in saurer Lösung farblos. Bei der Fällung des Eiweißes zeigt sich, daß Eisen zum Teil an das Eiweiß gebunden bleibt und daß auch Trichloressigsäure zu Störungen in der Ausfarbung führen kann. Die Genauigkeit wird mit ungefähr $\pm$ 5% unter günstigen Bedingungen angegeben. Hämoglobin in Konzentrationen unter 20 mg% stört nicht. K. Hinsberg.

Oestrogene. *Eine chemische Methode zur Bestimmung der Oestrogene im Plasma* wird von A. H. Veldhuis[2] vorgeschlagen. Der Verf. verwendet die *fluorimetrische Methode* und gibt eine Liste von Reagenzien, die zu der Bestimmung verwendet werden müssen. Die Spaltung der Oestrogenester erfolgt am besten mit β-Glucuronidase, die aus Bakterien gewonnen worden ist. Die Fluorescenz wird in 70 Vol-%iger Schwefelsäure bei 100° C in 4 min erzeugt. Die Absorptionskurven werden mitgeteilt. Eine genaue Arbeitsvorschrift wird nicht gegeben. In einer tabellarischen Übersicht wird aber gezeigt, wie durch fraktionierte Extraktion das Oestriol von dem Oestron und Oestradiol getrennt werden kann, nämlich dann, wenn ein bereits vorgereinigter Extrakt in Benzol mit einer 0,1 m Lösung von Na_2HPO_4 geschüttelt wird. Die Ausbeute bei Zusatzversuchen von 0,05—5 μg schwankt zwischen 80 und 90%. Aus für 2 Werte mitgeteilten Angaben kann entnommen werden, daß das Plasma 0,3 bis 0,4 μg% Oestrogen enthält. Die Einzelheiten des zum Teil komplizierten Vorganges müssen dem Original entnommen werden.

Zur colorimetrischen Bestimmung von α-Oestradiol in Mischungen von anderen Oestrogenen, insbesondere von β-Oestradiol und von α-Dehydroequilenin verwenden E. O. Haenni, J. Carol and D. Banes[3] die Säulenverteilungschromatographie.

[1] Analyt. Chemistry **25**, 1337—1339 (1953). Walter Reed Army Med. Center, Washington D. C.

[2] J. biol. Chemistry **202**, 107—117 (1953). John Hopkins Univ., Baltimore, Md. und Univ. St. Louis, Miss. (USA).

[3] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **42**, 162—167 (1953). Food, Drug Admin., Feder. Secur. Agency, Washington DC.

Das in einer früheren Arbeit[1] erwähnte Kober-Reagens wird verdünnt; man erreicht dadurch, daß eine intensive gelbe Farbe mit α-Dehydroequilenin entsteht, die gesondert gemessen werden kann. Sie unterscheiden ein Verfahren A, B und C, wovon A und B schon früher veröffentlicht worden sind, während für C genauere Anweisungen gegeben werden. Nach dem Verfahren A entsteht mit Dehydroequilenin ein Absorptionsmaximum bei 525 mμ, nach Verfahren B bei 420 mμ und Verfahren C bei 472 mμ. Die Farbe ist sehr beständig und kann daher gut abgelesen werden. Als feste Phase verwenden sie bei der Chromatographie Celite 545, das mit carbonatfreier 0,4 n Natronlauge getränkt ist und in der üblichen Weise in einem Glasrohr eingestampft bzw. eingeschlämmt wird. Eine detaillierte Anweisung findet sich in der Originalarbeit. Verwendet man einen Oestrogenextrakt, der 100 bis 250 μg Oestrogene enthält, so kann man unter Verwendung der Vorschrift A das α-Oestradiol auf folgende Weise berechnen:

$$\frac{\mu g\ DHQ\ (n.\ Vorschrift\ C\ best.)}{\mu g\ DHQ\ Standardlösung} \cdot \frac{20 \cdot [E_{525m\mu}\text{-}DHQ\ Stand.\text{-}(E_{420m\mu}\ DHQ\ Stand./2)]}{E_{525m\mu}\ \alpha\text{-}Oest.\text{-}Stand.\text{-}(E_{420m\mu}\ \alpha\text{-}Oest.\text{-}Stand./2)}$$

Zur Berechnung des β-Oestradiols berechnen sie die Formel:

$$\mu g\text{-}\beta\text{-}Oestradiol = 20 \cdot \frac{E_{526m\mu}\ Probe\ (korr.)\text{-}[(E_{420m\mu}Probe\ (korr.)/2)]}{E_{526m\mu}\ \beta\text{-}Oestradiol\text{-}Stand.\text{-}[(E_{420m\mu}\ \beta\text{-}Oestr.\text{-}Stand./2)]}.$$

zur Bestimmung von α-Dehydroequilenin (DHQ):

$$20 \cdot \frac{E_{472m\mu}\ Probe}{E_{472m\mu}\ Standard}$$

Die Einzelheiten des Verfahrens müßten im Original nachgelesen werden. Es ist wichtig, daß die Oestradiollösung, ob in Alkohol oder ob in Chloroform im Vakuum vollständig zur Trockne eingedampft wird, der Rückstand in Benzol gelöst und auf die Säule aufgetragen wird. Die ersten 30 ml des durchlaufenden Benzols werden verworfen, die folgenden 170 ml enthalten die Hormone. Sie werden eingeengt auf 30—40 ml, auf 50 ml aufgefüllt und davon aliquote Teile genommen. Die Beleganalysen demonstrieren die praktische Brauchbarkeit. K. Hinsberg.

Die quantitative Trennung von Oestrogenen durch Papierchromatographie beschreibt L. R. Axelrod[2]. Außer kleineren Varianten wird das übliche Verfahren in absteigender Technik angewendet. Die Startlinie wird 11 cm von der oberen Papierkante entfernt angebracht, das Papier selbst vor Gebrauch mit Wasser und 95%igem Äthanol gewaschen und an der Luft getrocknet. Für alle benutzten Lösungsmittelsysteme (vorzugsweise o-Dichlorbenzol-Formamid, Methylenchlorid-Formamid und Cyclohexen-Formamid) wird der Papierstreifen zunächst in einer Mischung gleicher Raumteile von Formamid und absolutem Methanol gebadet, zwischen schon vorgewaschenen Filterblättern abgepreßt und getrocknet. Nach beendeter Entwicklung wird durch einen *kalten* Luftstrom getrocknet. Es werden dann von der Mitte beginnend schmale Längsstreifen von 2—3 mm Breite geschnitten, die einzeln mit den folgenden Reagenzien geprüft werden: a) rauchende Schwefelsäure, 15%ig; b) Benzoylchloridlösung: 5 Teile einer 40%igen Zinkchloridlösung in Eisessig werden mit 7 Teilen Benzoylchlorid und der gleichen Volumenmenge Chloroform gemischt (in brauner Glasstöpselflasche aufbewahren); c) 2%ige Lösung von Na-p-Phenolsulfonat in 85%iger Phosphorsäure; d) modifiziertes Millonsches Reagens: 1 Gew. Teil Quecksilber wird in 2 Gew. Teilen konz. Salpeter-

[1] Haenni, E. O.: J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **39**, 544 (1950).

[2] J. biol. Chemistry **201**, 59—69 (1953). Univ. Rochester, N. Y. (USA).

säure gelöst, die Lösung mit 2 Vol. Teilen Wasser verdünnt; e) Lösung von 1 Teil Antimon(V)-chlorid in 2 Teilen Chloroform; f) 2%ige Lösung von $FeCl_3$ in absolutem Methanol; g) gesättigtes Bromwasser. — Zur Durchführung der Prüfung wird so verfahren, daß man die rauchende Schwefelsäure (Reagens a) aus einer Pipette in ge ader Linie auf eine Glasplatte von beiläufig 10 × 60 cm auslaufen und den Papierstreifen mit Hilfe eines Glasstabes in dieser Säurebahn durchtränken läßt. Nach 1 min wird auf Färbung und unter der UV-Lampe auf Fluorescenz geprüft. Die Reagenzien b, c, d, f werden in gleicher Technik angewendet, nur die Glasplatte

Abb. 1. Schema der chromatographischen Zonen von Steroiden nach AXELROD. A, B und C in Dichlorbenzol—Formamid, D in Methylenchlorid—Formamid, E in Cyclohexen—Formamid entwickelt. Farbreagens: rauchende Schwefelsäure.

überdies auf einer geeigneten Heizplatte bis zum Erreichen maximaler Färbung erwärmt. In die Reagenzien e und g wird der Streifen für einen Moment direkt eingetaucht und alsdann in einem Abzug getrocknet. Die hierbei noch erkennbaren Mindestmengen werden, je nach Reagens, zu 5—20 μg („je cm² eines Chromatogramms") angegeben. Zur *quantitativen Auswertung* können die Oestrogenzonen in konz. Schwefelsäure gelöst und nach 3stündigem Stehen des Eluats im Dunkeln bei 280—282 mμ photometriert werden. Zwecks qualitativer Identifizierung einzelner Steroide können nach gleicher Elutionstechnik die zwischen 220 und 600 mμ ermittelten Lichtabsorptionskurven herangezogen werden. Betreffs der Vorisolierung der Oestrogene aus Harn und Galle sei auf die Originalarbeit verwiesen.

R. KLOCKMANN.

Die bei der Bestimmung der Oestrogene im normalen Harn durch Fluorescenzmessung auftretenden Schwierigkeiten bespricht C. Heuschem[1]. Wird die Fluorescenzintensität von Oestron in 65%iger Schwefelsäure bei Erregung mit Filter 420 mμ und Messung mit einem sekundärem Filter von 525 mμ = 100 gesetzt, so ist die Fluorescenz von Oestradiol nur 80, und die von Oestriol nur 36. R. W. Bates und H. Cohen[2] haben die optimalen Bedingungen für die Fluorescenzmessungen gefunden. Man kann das Oestron von störenden Substanzen abtrennen, wenn man die benzolische Lösung an Aluminiumoxyd-Merck (standardisiert nach Brockmann) adsorbiert und dann mit Benzol mit 1% Methanol eluiert. Die Pigmente und Oestriole bleiben auf der Säule zurück. Letztere lassen sich zwar mit höheren Methanolkonzentrationen eluieren, gleichzeitig gehen aber auch die Pigmente in Lösung. Man kann die Fluorescenzhemmung auf einfache Weise bestimmen, wenn man dem Harnextrakt eine bekannte Menge Hormone zusetzt und die Fluorescenzen mißt.

$$\text{Die Hemmung } H \text{ ist} = \frac{F_H - (F_{E+H} - F_E)}{F_H}$$

F_H = Fluorescenz der reinen Hormonlösung, F_E = Fluorescenz des Extraktes, F_{E+H} = Fluorescenz des Extraktes + Hormonzusatz. Für die Extraktion des Urins wird folgendes Schema angegeben: Der Harn wird mit 10%iger Salzsäure und 2% 10%iger Phosphorwolframsäure 30 min am Rückfluß gekocht, mit Äther extrahiert, der Äther mit 9%iger Hydrogencarbonatlösung und Wasser gewaschen. Nach dem Verdampfen nimmt man den Rückstand in CCl_4 auf, extrahiert die phenolhaltigen Steroide mit 2 n Natronlauge und entzieht sie dann der Natronlauge bei p_H 8 mit Äther. Der Äther wird verdampft, der Rückstand in Benzol aufgenommen und die Lösung auf Aluminiumoxyd chromatographiert. Im Eluat mit Benzol + 1% CH_3OH findet sich das Oestron. Durch Extraktion der Benzollösung mit 5%iger $Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$-Lösung wird das Oestriol aufgenommen, welches nach dem Ansäuern mit Äther extrahiert werden kann. Zur Entwicklung der Fluorescenz nimmt man 0,5 ml einer Äthanollösung, gibt 5 ml 90 Vol%ige Schwefelsäure zu, digeriert 10 min bei 80° C, verdünnt dann mit 15 ml 65%iger Schwefelsäure und mißt wie oben angegeben, die Fluorescenz vor und nach Hormonzusatz. Für 10 bis 15 μg Oestron wird der Fehler mit 5—13% angegeben. Während eines menstruellen Cyclus beträgt die Oestronausscheidung vom 7.—27. Tag 10—27 μg, die Oestriolausscheidung 9—35 μg zwischen dem 17.—27. Tag. K. Hinsberg.

Natürliche und künstliche Oestrogene sowie deren Äther und Ester lassen sich wegen geringer H_2O-Löslichkeit schwer mit H_2O als stationärer Phase chromatographieren. Nach F. Markwardt[3] erfolgt dagegen durch *Papierchromatographie mit umgekehrten Phasen* eine gute Trennung. — *Methode.* Schleicher & Schüll-Papier 2043b wird mit 5%iger Siliconlösung (Aquatex 4040, Siliconchemie Dresden) in Cyclohexan getränkt und bei 110° C eine Stunde getrocknet. Zur Entwicklung dient die untere Schicht eines Gemisches von Wasser, Methanol, Benzol und Petroleumbenzin (Kp 50 bis 70° C) im Verhältnis 20 : 70 : 30 : 60. Nachdem die Chromatographierkammer 12—15 Std mit der oberen Schicht des Lösungsmittelgemisches gesättigt ist, wird absteigend bei Zimmertemperatur chromatographiert, bis die Lösungsmittelfront etwa 35 cm vom Start entfernt ist. Die Chromatogramme werden bei 110° C getrocknet. Die Sichtbarmachung der Hormonflecken erfolgt durch Besprühen mit 5%iger Lösung von Antimonpentachlorid in Chloroform und Erwärmen auf 90° C. Farbtöne und R_f-Werte sind in einer Tabelle zusammengefaßt. Helga Schmidt.

[1] J. Pharmacie Belgique **7**, 396—402 (1952). Univ. Lüttich (Belgien).
[2] Endocrinology **47**, 166 (1950).
[3] Naturwissenschaften **41**, 139 (1954). Univ. Greifswald.

Nucleinsäuren. Aus Nucleinsäuren lassen sich die in der Tab. 1 angeführten Purine und Pyrimidine nach T. KARIYONE und T. INOUE[1] *papierchromatographisch* trennen, wenn mit den angegebenen Entwicklergemischen gearbeitet wird. Werden diese Purine bzw. Pyrimidine *electrochromatographiert*, so erweisen sich die Wanderwege von den chromatographischen R_f-Werten so deutlich verschieden (Tab. 2), daß chromatographisch undeutliche Trennungen wesentlich erhärtet werden können. Die Kennzeichnung der Flecken ist photographisch möglich, da sie bei 240—270 mμ fluorescieren. Die Nachweisempfindlichkeit ist von dem verwendeten Papier abhängig: Whatman Nr. 1 als bestes Papier erlaubt den Nachweis von 0,5 μg, auf Toyo-Papier Nr. 50 ist noch 1 μg der Base erkennbar.

Tabelle 1. *R_f-Werte bei 20—23° C.*

	Butanol m. 0,1% NH_4OH-Lsg. gesättigt	Butanol-Eisessig-Wasser (4 : 2 : 1)	Butanol-Eisessig-Wasser (5 : 1 : 4)	Butanol-Isopropanol- Wasser (2 : 1 : 1)
Adenin	0,46	0,63	0,53	0,50
Guanin	0,20	0,38	0,22	0,27
Xanthin	0,10	0,35	0,31	0,33
Uracil	0,42	0,55	0,50	0,53
Cytosin	0,28	0,51	0,34	0,37
Thymin	0,59	0,67	0,60	0,63

Tabelle 2. *Elektrophoretische Wanderwege in mm.* (4 Std bei 500 V).

	in 30%iger Essigsäure mit 0,3 mA/cm	in 0,05%iger Ammoniaklösung mit 0,5 mA/cm
Adenin	— 67	— 39
Guanin	— 55	— 73
Xanthin	— 3	— 2
Uracil	+ 7	— 36
Cytosin	— 100	— 55
Thymin	— 7	— 35

K. CRUSE.

Einen Vergleich dreier Methoden zur Bestimmung von Diphosphopyridinnucleotid (DPN) haben D. R. STRENGTH, I. RINGLER und W. L. NELSON[2] vorgenommen. Bei der ersten Methode nach J. B. SUMNER und P. S. KRISHNAN[3] wird die Zeit gemessen, die zur Reduktion von Methylenblau (1:5000) bei 30° C unter N_2-Atmosphäre erforderlich ist in einem System, das Milchsäureapodehydrogenase Natriumlactat, DPN, Diaphorase, Blausäure enthält. Bei der zweiten Methode nach E. RACKER[4] wird die Reduktion von DPN bei 340 mμ in Gegenwart eines Überschusses kristalliner Alkoholdehydrogenase und Alkohol verfolgt. Die dritte Methode stellt eine Kombination aus diesen beiden Methoden dar. Die Reduktion von DPN wird ebenfalls spektrophotometrisch bestimmt in Gegenwart eines Überschusses von Milchsäureapodehydrogenase, Natriumlactat und Natriumcyanid. — Die erste Methode ist die empfindlichste; die Messungen müssen allerdings in dem engen Konzentrationsbereich von 2—6 μg in 3 ml durchgeführt werden, weil nur

[1] J. pharmac. Soc. Japan **74**, 310—303 (1954). (Nach engl. Zus.fass. refer.) [Japanisch]. Univ. Kyoto, Japan.

[2] Arch. Biochem. Biophysics **48**, 107—111 (1954). Cornell Univ., Ithaca, N.Y.

[3] Enzymologia **12**, 232 (1948).

[4] J. biol. Chemistry **184**, 313 (1950).

in diesem Bereich Proportionalität besteht zwischen dem Logarithmus der Reduktionszeit in Sekunden und der vorhandenen Menge an DPN. Für die spektrophotometrischen Methoden sind Mengen zwischen 10 und 100 μg in 3 ml erforderlich. Diese beiden Methoden haben, wenn ein Spektrophotometer zur Verfügung steht, den Vorzug der Einfachheit. Die Eichkurven für diese beiden Methoden (Reduktion einmal im Alkoholdehydrogenase-, zum andern im Milchsäuredehydrogenase-System) sind, wie zu erwarten, gleich. An Hand der mit einer Standard-DPN-Lösung gewonnenen Eichkurven wurden nach den 3 Methoden in frischer Rattenleber gut übereinstimmende Werte gefunden. Die DPN-Extrakte aus dem Tiergewebe wurden in folgender Weise hergestellt. 2 g des Gewebes wurden aus dem durch Kopfschlag getöteten, ausgebluteten Tier herausgeschnitten und in 8 ml einer kalten 0,5 m Natriumphosphatpufferlösung (p_H = 7,4; 0,5% Nicotinamid enthaltend) homogenisiert. 7 ml des Homogenats wurden sofort mit 2,0 ml 10%iger Trichloressigsäurelösung inaktiviert, filtriert und mit 2 n Kalilauge gegen Phenolrot neutralisiert. Das Filtrat wurde durch 15minutiges Zentrifugieren bei 35000 U/min in einer Ultrazentrifuge geklärt. L. Acker.

Die papierchromatographische Trennung von oxydierten und reduzierten Pyridinnucleotiden gelingt nach R. M. Burton und A. San Pietro[1] mit Hilfe des Lösungsmittelgemisches Pyridin-Wasser (2:1), während die bisher in der Literatur beschriebenen Lösungsmittelsysteme die Trennung nicht zuließen. Die Verf. arbeiten mit Whatman-Papier Nr. 3 aufsteigend. Die reduzierten Pyridinnucleotide werden durch ihre Fluorescenz im UV-Licht nachgewiesen. Die oxydierten Formen der Nicotinamidderivate geben beim Besprühen (nach dem Trocknen des Papieres) mit m KCN-Lösung eine im UV-Licht fluorescierende Additionsverbindung. Das Original enthält eine Liste der trennbaren Verbindungen mit den zugehörigen R_f-Werten. Die oxydierten Formen von Di- und von Triphosphopyridinnucleotid können quantitativ von dem Chromatogramm durch Elution mit Wasser oder mit Kaliumphosphatpuffer (p_H 7) abgelöst werden. Sie lassen sich entweder nach der Cyanidmethode[2] oder enzymatisch durch Hefealkoholdehydrogenase[3] quantitativ bestimmen. Bei der Elution der reduzierten Formen von Di- bzw. Triphosphopyridinnucleotid mit Kaliumphosphatpuffer (p_H 9–10) konnten von diesen nur 20% bzw. überhaupt nichts mehr wiedergefunden werden, da in diesen alkalischen Lösungen die reduzierten Formen zum größten Teil zerstört werden. L. Acker.

Die Trennung und Bestimmung von Ribo- und Desoxyribonucleinsäure gelingt nach M. Deimel und W. Maurer[4] durch Kombination von Papierelektrophorese und Anwendung von Isotopen ^{32}P. Man bekommt bei der Elektrophorese 2 Maxima, die sich durch ihre Lage und Höhe voneinander unterscheiden und von denen eines der Ribonucleinsäure, das andere der Desoxyribonucleinsäure zuzuordnen ist. Der Kurvenverlauf wird mit dem Zählrohr festgestellt. Nach subcutaner Gabe von Radiophosphor an Ratten wurde nach 1 oder mehreren Tagen die Nucleinsäure aus der Leber oder anderen Organen isoliert und entweder nach Hydrolyse mit n Natronlauge oder mit Trichloressigsäure bestimmt. Bei der Extraktion mit kalter Perchlorsäure wird keine Ribonucleinsäure extrahiert. Bei der Extraktion mit heißer $HClO_4$ wird nur Desoxyribonucleinsäure gefunden. K. Hinsberg.

---

[1] Arch. Biochem. Biophysics **48**, 184—188 (1954). John Hopkins Univ., Baltimore, Md. (USA).

[2] Colowick, S. P., N. O. Kaplan and M. M. Ciotti: J. biol. Chemistry **191**, 447 (1951).

[3] Racker, E.: J. biol. Chemistry **184**, 313 (1950).

[4] Naturwissenschaften **39**, 489—490 (1952). Univ. Köln und T. H. Aachen.

Namen- und Sachverzeichnis zum 144. Band.

Namenverzeichnis.

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung.)

Aaremäe, A., und Assarsson, G. Über die Trennung von Molybdän und Wolfram durch Sublimation in Chlorwasserstoffatmosphäre 412 [Or].

Abdine, H., siehe Flaschka, H.

Abrahamczik, E., und Blümel, F. Maßanalytische Sulfatbestimmung 309.

Abramson, E. Bestimmung des Wassergehaltes in Honig 286.

Acker, L., und Ernst, G. Bestimmung von Cholin 295.

Acker, L., und Jäger, R. Nachweis eines lecithinspaltenden Fermentes in Eierteigwaren 295.

Adams, G. A., und Castagne, A. E. Spektrophotometrische Bestimmung des Furfurols und Oxymethylfurfurols 305.

Adams, R. N., Reilley, C. N., und Furman, N. H. Potentiometrische Polarographie 199. — Siehe auch Reilley, C. N.

Adler, N., siehe Palilla, F. C.

Afanaseva, L. V. Colorimetrische Bestimmung von Silicium in Blut und Geweben 76.

Airoldi, R. Trennung von Beryllium und Magnesium sowie Magnesium und Zink 131.

Akiya, Sh., Okui, S., und Motohashi, N. Colorimetrische Bestimmung von methylendioxydhaltigen Alkaloiden 317.

Albanese, A., und Lein, M. Herstellung einer Zinkuranylacetatlösung 449.

Albert, A. Bestimmung von elementarem Schwefel in Benzin 311.

Albrecht, W. M., und Mallett, M. W. Sauerstoffbestimmung in Titan 56.

Alekseeva, M. V., und Belozerskaja, V. I. Bestimmung von Chrom in Organen von Kaninchen 457.

Alicino, J. F. Maßanalytische Sulfatbestimmung 309.

Alimarin, I. P., und Sheskolskaja, Ja. Aufschluß von Mineralien 228.

Allport und Wilson. Colorimetrische Bestimmung von Tropinalkaloiden 320.

Almássy, Gy. Nachweis von Zirkon mit Morin 363.

Almássy, Gy., und Straub, J. Papierchromatographischer Nachweis und Trennung von Molybdän 41.

Almond, H. Bestimmung von Arsenspuren im Boden 234. — Bestimmung von Kobaltspuren im Boden 235.

Alten, F., Wandrowsky, B., und Knippenberg, E. Bestimmung von Kohlenstoff im Boden 232.

Amin, A. M. Mikrovolumetrische Bestimmung von Kalium in Pflanzen 237. — Siehe auch Flaschka, H.

AOAC, Bestimmung von Fluor in Pflanzen 307.

d'Arcy, R. A. Schnellbestimmung des Stärkegehaltes in Weizennebenprodukten 304.

Ardelt, H. W. Polarographie in der Lebensmittelchemie 279.

Ariel, M., siehe Cimerman, Ch.

Arkley, T. H., siehe Johnson, C. M.

Armstrong siehe Walkley, A.

Armstrong, W. D., siehe Singer, L.

Artero-Soteras, C. Bestimmung von Stickstoff im Stahl 148.

Aruin, A. S. Bestimmung von Kohlenoxydhämoglobin im Blut 77.

Assarsson, G., siehe Aaremäe, A.

Atkins, W. R. G. Zinkbestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 137.

Atkinson, R. H., Steigman, J., und Hiskey, C. F. Octachlorpropan zur Chlorierung von Niob und Tantal 374. — Trennung von Niob und Tantal durch Chlorierung 375. — Siehe auch Hiskey, C. F.

Auterhoff, H., siehe Neuhoff, E. W.

Axelrod, L. R. Papierchromatographische Trennung der Oestrogene 460.

Bach, A. Ablauf der Persulfatoxydation 27.

Baes jr., C. F., siehe Schreyer, J. M.

Baeyer, A., und Villiger, V. Peroxymonoschwefelsäure bei der Oxydation mit Persulfat 27.

Bagshawe, B., und Truman, R. J. Bestimmung von Silicium in metallischem Wolfram und Titan sowie deren Verbindungen 215.

Baird, J. H., siehe Wold, A.

Bairstow, S., Francis, J., und Wyatt, G. H. Sauerstoffbestimmung in Wässern 207.

Bakay, B., siehe Toennies, G.

Ball, J. S., siehe Ward jr., L. F.

Ballczo, H., und Mondl, G. Stärkelösung 208.

Baltes, J. DGF-Einheitsmethoden zur Untersuchung von Fetten 297. — Siehe auch Kaufmann, H. P.

Baltes, J., Schweitzer, D., und Wiertz, P. Polarographische Bestimmung von Oxymethylfurfurol in Honig und Kunsthonig 287.

Baltes, J., und Wiertz, P. Analyse von Bleimennige 223.

Bandelin, F. J., und Pankratz, R. E. Trennung von Cholin und Betain in pharmazeutischen Zubereitungen 443.

Banes, D., siehe Haenni, E. O.

Banks, C. V., und Byrd, C. H. Spektrophotometrische Bestimmung von Thorium in Monazitsand 227.

Banks, C. V., Klingmann, D. W., und Byrd, C. H. Thoriumbestimmung im Schwarzsand 228. — Siehe auch Margerum, D. M.

Banks, J. Bestimmung von gelöstem Sauerstoff in Kesselspeisewasser 206.

Bányai, É., siehe Erdey, L.

Bar-Gadda, I., siehe Bobtelsky, M.

Barab, J., siehe Cope, W. C.

Barboriak, J., siehe Schürch, A. F.

Barendrecht, E. Anwendung elektrochemischer Methoden in der analytischen Chemie 117.

Barile, G., Stein, A. M., und Pascucci, E. Reinigung von Farbstoffextrakten für die papierchromatographische Trennung in Lebensmitteln 280.

Barnard, D., und Hargrave, K. R. Zinn(II)-chloridmethode zur Bestimmung von Peroxyden 434.

Barnes, H. Bestimmung von Sauerstoff in Wasser 207.

Barnes, R. B., und Salley, D. J. Radiologische Bestimmung von Kalium in Lösungen 81.

de la Barrera-Ramallo, A., siehe Bermejo-Martínez, F.

Barteld, K. und Hofmann, W. Sauerstoffbestimmung in Blei durch Reduktion mit Wasserstoff 340.

Bartelmus, G., und Hecht, F. Mikrofällung von Germanium mit Thioacetamid 360. — Siehe auch Hecht, F.

Bartha, L., siehe Szabó, G.

Bastian, R. Photometrische Nickelbestimmung 60.

Bastien, P., siehe Mischonsniky, S.

Basu, K. P. Unterscheidung von Kuhmilch und Büffelmilch 294. — Siehe auch Ghosh, S. N.

Batik, A. L., siehe Hiskey, C. F.

McBay, A. J., siehe Clark, W. A., sowie Tinker, R. B.

Bazen, J., siehe Flaschka, H.

Beaton, J. R., siehe White, J.

Bechtel, H., siehe Fischer, J.

Becker, E., Pardun, H., und von Pezold, H. Prüfung der Haltbarkeit von pflanzlichen Ölen mit dem Swift-Test 288.

Beeghly, H. F. Stickstoffbestimmung 158.

Beketovskij, S. N. Reaktion auf Lignin 439.

Belcher, R. Bestimmung von Chlor in Kohle 309.

Belcher, R. und Brewer, P. F. Fluorbestimmung durch Fällung als Bleichlorfluorid 386.

Belcher, R., Caldas, E. F. und Clark, S. J. Fluorbestimmung 386.

Belcher, R. und Clark, S. J. Indirekte Bestimmung von Fluorid durch Titration mit Calciumchlorid 385.

Belcher, R., Gibbons, D., und West, T. S. Komplexometrische Sulfatbestimmung 379.

Belcher, R., Nutten, A. J., und Stephen, W. J. Eignung von Naphthidin und seinen Derivaten als Redoxindicatoren 127, 422. — Bestimmung von freiem Chlor in Wasser 205.

Belcher, R. und Robinson, J. W. Bestimmung von Kalium im Blutserum 449.

Belcher, R., Sykes, A., und Tatlow, J. C. Bestimmung von Zirkon mit Mandelsäure und deren Derivaten363.

Beljakov, A. A. siehe Korenman, I. M.

Belozerskaja, V. I., siehe Alekseeva, M. V.

Benca, M. F., siehe Henick, A. S.

Bender, D., siehe Frankenburg, W. G.

Benedetti-Pichler, A. A., siehe Hybbinette, A.-G.

Benedict, J. T., Schumb, W. C. und Coryell, Ch. D. Trennung von Zirkonium und Hafnium durch Ionenaustausch 367.

Berenblum, I., und Chain, E. Phosphorbestimmung 79.

Berg, A., siehe Wieland, Th.

Berghout, H. W. Tetraphenyloborate in der Analyse 416.

Bermejo-Martínez, F., Prieto Bouza, A., und de la Barrera-Ramallo, A. Bestimmung von Phosphid in Handelsphosphiden 224.

Beroza, M. Spektrophotometrische Bestimmung von Benzylbenzoat und n-Butylacetanilid in Kleiderimprägnierungsmitteln 311.

Bertram, S. H. Bestimmung von gesättigten Fettsäuren 300.

Bertrand, G. Kupfermethode zur Bestimmung reduzierender Polymerer 303.

Besson, S., und Brignon, J.-J. Fällung der Alkaloide mit Antimonojodidreagens 317.

Bethge, P. O. Volumetrische sowie jodometrische Bestimmung von Schwefelwasserstoff und Sulfid-Ion 377.

Beveridge, J. S., Hunter, G. J. und MacNulty, B. J. Fluorbestimmung in Wässern 390.

Beveridge, J. S., MacNulty, B. J., Reynolds, G. F., und Terry, E. A. Fluoridbestimmung in Salzsäure, Bromwasserstoffsäure und Brom 388.

Bévillard, P. Nachweis von Germanium mit Hilfe von Dioxy-3,4-Phenylazotriphenyl 361. — Reaktion von Germanium mit o-Diphenolen 362.

Bewick, H. A., siehe Budd, M. S., sowie Kenyon, O. A.

Biechele, M. Anleitung zur Erkennung und Prüfung der Arzneimittel des Deutschen Arzneibuches 313 [L].

Biggs, A. I. Bestimmung von fetten Ölen in Citronellöl 316.

Biggs, D. A., siehe MacDougall, D.

Bihler, L., siehe Bobtelsky, M.

Bischofberger, G., siehe Treadwell, W. D.

Bishop, E. Aufschluß von Weißmetallen mit Chlor 152.

Bitovt, Z. A., siehe Gusev, S. I.

Black, I., siehe Walkley, A.

Blasco und de la Rubis. Chloridbestimmung in Wasser 208.

Bloch, H. S., Zimmermann, B., Cohen, S. L., Mohaupt, M. J., und Oseid, B. J. Chromatographie von Pregnandiol und verwandten Verbindungen 80.

Blümel, F., siehe Abrahamczik, E.

Blum, K. H. Gehaltsbestimmung von Tinct. Stramonii 320.

Blumenthal, H. Bestimmung von Indium 9.

Blumenthal, W. B., und Smith, H. J. Bestimmung von Phosgen in Titantetrachlorid 60.

Bobtelsky, M., und Bar-Gadda, I. Heterometer 124. — Heterometrische Titration von Eisen-, Chrom- und Aluminiumsalzen 125.

Bobtelsky, M., und Bihler, L. Heterometrische Bestimmung von Zink mit Chinaldinsäure 126.

Bobtelsky, M., Chasson, D., und Klein, S. F. Photometrische Titration von Eisen(III) und Oxalat 398.

Bobtelsky, M., und Graus, B. Heterometrische Bestimmung von Blei oder Citronensäure 124.

Bobtelsky, M., und Halpern, M. Heterometrische Titration von Uran mit Cyanoferrat(II)-lösung sowie mit Dinatriumphosphatlösung 384.

Bobtelsky, M., und Welwart, Y. Heterometrische Bestimmung von Kupfer mit Oxin in Legierungen 126, von Magnesium mit Oxin 125, von Aluminium mit Oxin 125, von Nickel mit Dimethylglyoxim 124.

Bode, H. Untersuchungen über die Anwendbarkeit der Diäthyldithiocarbaminate in der Analyse. III. Die photometrische Bestimmung des Tellurs und seine Abtrennung von großen Mengen Selen 90 [Or]. — Systematische Untersuchungen über die Anwendbarkeit der Diäthyldithiocarbaminate in der Analyse. IV. Die Bildung der Metall-Diäthyldithiocarbaminate und ihre Extrahierbarkeit in Abhängigkeit vom p_H-Wert der Lösung 165 [Or].

Bodendorf, K. Kurzes Lehrbuch der pharmazeutischen Chemie, auch zum Gebrauch für Mediziner 313 [L].

Bodor, E., siehe Erdey, L.

Böhme, H., und Winkler, O. Photometrische Bestimmung von Benzaldehyd und Vanillin in Lebensmitteln 279.

Böltz, G., siehe Nielsch, W.

Boenke, R., siehe Presting, W.

Bomstein, J. Ultrarotspektroskopische Bestimmung des Aromatengehaltes von Kohlenwasserstoff-Fraktionen 70.

Bonauguri, E. Karl-Fischer-Reaktion in ternären Systemen 164.

Bonauguri, E., und Seniga, G. Über den Mechanismus der Karl-Fischer-Titration und eine neue Modifikation dieser Methode 161 [Or].

Bope, F. W., siehe Glasser, A. C.

de Bosch-Ariño, F., und de la Rubia-Pacheco, J. Chloridbestimmung in Wasser und anderen Produkten 208.

Bouat, A., siehe Maume, L.

Boulin, R., Desguin, R., und Jaudon, E. Bestimmung von Schwefel in Mineralien und Schlacken 230. — Siehe auch Pontet, M.

Bourrat, J., siehe Moreau, L.

Bowen, C. W., und Edwards jr., F. J. Polarographische Bestimmung von Parathion 72.

Boyd, T. F., und Galan, M. Nachprüfung der Hydrolysefällung und colorimetrischen Bestimmungsmethode für Niob und Tantal durch radioaktive Indizierung 371.

Boyer, W. J., siehe Ikenberry, L.

Bradacs, L. K., siehe Ladenbauer, L.-M.

Bräuniger, H., und Raudonat, H.-W. Polarographische Bestimmung von Falicain 441. — Papierelektrophoretischer Nachweis der Zersetzung von Falicain 441.

Brandstätter, M. Schmelzpunktsbestimmung verschiedener Alkaloide und Analgetica 314.

Brasted, R. C. Indirekte gravimetrische Nitritbestimmung 38.

Braun, A. A., siehe Ogrin, B. Ja.

Bray, R. H., siehe Cheng, K. L.

Brecher, C., siehe Vieböck, F.

Breinlich, J. Störungen beim Morphinnachweis nach Deckert 77.

Bremner, J. M. Identifizierung kleiner Mengen Hydroxylamin und Hydrazin auf Papierchromatogrammen 37.

Bretschneider, A., siehe Riethmüller, H.-U.

Brewer, P. F., siehe Belcher, R.

Briau, A., siehe Terlet, H.

Bricker, C. E., siehe Sweetser, Ph. B.

Bridges, W. L., siehe Reed, S. A.

Brignon, J.-J., siehe Besson, S.

British Iron and Steel Research Association. Bestimmung von Eisen in Erzen, Schlacken und Schmelzflüssen 231.

Broadbank, R. W. C., und Winram, B. C. Elektrolytische Trennung von Silber, Kupfer, Cadmium und Zink 35.

Brockmann-Hanssen, E. Untersuchung schwerlöslicher Salze mit Hilfe von Ionenaustausch 447.

Broderick, E. J., siehe Hastings, J.

Brodsky, W. A., siehe Mellette, S. J.

Brooks, F. R., Dimbat, M., Treseder, R. S., und Lykken, L. Bestimmung von Sauerstoff in Gasen und verschiedenen Flüssigkeiten 236.

Broser, W., siehe Lautsch, W.

Brown, E. G. Colorimetrische Bestimmung von Tellur in Blei-Tellurlegierungen 212.

Brown, E. G., und Hayes, T. J. Indicatorsystem 422.

Brown, F. E., und Proctor, J. S. Nachweis von Zn neben Co 136.

Brown, J. A., und Marsh, M. M. Automatische Messung der Lichtabsorption und Fluorescenz auf Papierchromatogrammen 120.

Brünger, K., siehe Geilmann, W.

Brunisholz, G., und Michod, J. Titration von Fluor mit Cer(III)-chloridlösung 386, 387.

Bruschweiler, H., Minkoff, G. J., und Salooja, K. C. Papierchromatographische und polarographische Bestimmung von organischen Peroxyden und Wasserstoffperoxyd 434.

Brylka, G., siehe Leo, R.

Buckley, R., und Colthurst, J. P. Bestimmung von Parathion in Tomaten 296.

Budd, M. S., und Bewick, H. A. Bestimmung von Sulfid und reduzierbarem Schwefel in Alkalihydroxyden und -carbonaten 58.

Bulen, W. A., siehe Varner, J. E.

Bunting, E. N. Colorimetrische Siliciumbestimmung 395.

Burkhardt, R., siehe Hennig, K.

Burma, D. P. Papierchromatographische Trennung von Lithium, Natrium und Kalium 128. — Siehe auch Chakrabarty, S.

McBurney, E. H., siehe Remmert, L. F.

Burrell, R. C., siehe Varner, J. E.

Burriel-Martí, F., und Perez, P. Spektralanalytische Bestimmung von Barium 134.

Burriel-Martí, F., Ramírez-Muñoz, J., und Escobar-Godoy, R. Empfindlichkeitsdiagramme analytischer Reaktionen 117.

Burriel-Martí, F., Ramírez-Muñoz, J., und Fernández-Caldas, E. Spektralanalytische Bestimmung von Barium neben anderen Elementen 134.

Burton, R. M., und San Pietro, A. Papierchromatographische Trennung von oxydierten und reduzierten Pyridinnucleotiden 464.

Buscev, A. I. Bromatometrische Bestimmung der 8-Oxychinolate von Wismut, Eisen und Kupfer 41.

Buser, W. Trennung von Alkali-Ionen durch Ionenaustausch 2.

Butler, E. J., siehe Irving, H. M.

Butler, J. R. Bestimmung von Blei in Zweigen 306.

Byrd, C. H., siehe Banks, Ch. V.

Caille, E., und Viel, E. Antimonojodidreagens 317.

Caldas, E. F., siehe Belcher, R.

Caley, E. R., und Moore, C. E. Bestimmung von Barium mit Äthylmethylpikrat 133.

Calmon, C. Ionenaustauscher zur Wasseranalyse 205.

Campbell, M. E., siehe Luke, C. L.

Campen, W. A. C., und Geerling, H. Bestimmung von Fett in Futtermitteln 298.

Capell, R. G., siehe Karr jr., C.

Carol, J., siehe Haenni, E. O.

Castagne, A. E., siehe Adams, G. A.

Castiglioni, A., und Vietti, M. Über die papierchromatographische Analyse der Mischungen von Coffein, Aspirin und Phenacetin 112 [Or].

Caulfied, P. H., und Robinson, R. J. Spektrophotometrische Bestimmung des o-Phenylphenols 49.

Cetini, G., siehe Milone, M.

Chain, E., siehe Berenblum, I.

Chakrabarty, S., und Burma, D. P. Papierchromatographische Bestimmung der Alkalimetalle als Chloride 129.

Chalmers, R. A., siehe Miller, Ch. C.

Chanin, M. Potentiometrische Bestimmung von Chlorid in biologischem Material 457.

Chargaff, E., Levine, C., und Green, Ch. Papierchromatographischer Nachweis von Cholin in Phosphormolybdänsäure 113.

Charpentié, Y., siehe Peynaud, E.

Chasson, D., siehe Bobtelsky, M.

Chen jr., P. S., und Toribara, T. Y. Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium in Serum und Urin 450.

Cheng, K. L., Bray, R. H., und Kurtz, T. Eisenbestimmung im Boden 235.

Cherney, A., siehe Codell, M.

Chirnside, R. C., siehe Still, J. E.

Chorkov, L. K., siehe Gusev, S. I.

Chow, D. T.-W., und Robinson, R. J. Polarographische Nitritbestimmung 39.

Christensen, B. V., siehe Glasser, A. C.

Christopher, Ph., siehe Simonsen, S. H.

Cimerman, Ch., und Ariel, M. Volumetrische Zinnbestimmung in metallischem Zinn sowie Legierungen 157.

Claeys, A., siehe Gillis, J.

St. Clair Gantz, E., siehe Whitnack, G. C.

McClarity, T. A., siehe Hastings, J.

Clark, E. P., und Collip, J. B. Fällung von Calciumoxalat 452.

Clark, F. E., siehe Meeks, J. W.

Clark, L. C., siehe Lappin, G. R.

Clark, S. J., siehe Belcher, R.

Clark, W. A., und McBay, A. J. Spektrophotometrische Bestimmung von Morphin und Codein 320.

Clark, W. M., und Lubs, H. A. Pufferlösungen 121.

Clasper, M., und Haslam, J. Apparatur zur Extraktion flüssiger Proben 118.

Clemency, Ch., siehe Codell, M.

Clements, J. E., und Newburger, S. H. Bestimmung von Bactericiden in kosmetischen Zubereitungen 71.

Clifford, A. F., siehe Sargent, J. W.

Cline, W. D., siehe Warf, J. C.

Codell, M., Cherney, A., und Norwitz, G. Calciumbestimmung in Titanlegierungen 52.

Codell, M., Clemency, Ch., und Norwitz, G. Colorimetrische Siliciumbestimmung in Titanlegierungen 54.

Codell, M., und Mikula, J. J. Colorimetrische Bestimmung von Phosphor in Titanlegierungen 56.

Codell, M., Mikula, J. J., und Norwitz, G. Polarographische Bestimmung von Mo in Ti-Legierungen 57.

Codell, M., und Norwitz, G. Colorimetrische Bestimmung von Bor in Titanlegierungen 52. — Von kleinen Mengen Aluminium in Titanlegierungen 53.

Codell, M., Norwitz, G., und Simmons, O. W. Bestimmung von Kohlenstoff in Titan 54. — Siehe auch Mikula, J. J., sowie Norwitz, G.

Cohen, S. L., siehe Bloch, H. S.

Colichman, E. L. Polarographische Bestimmung von Jodoso- und Jodobenzol 439.

Colichman, E. L., und Ludewig, W. H. Polarographische Bestimmung von Zirkonium 363.

Collip, J. B., siehe Clark, E. P.

Colthurst, J. P., siehe Buckley, R.

Comer, J. P., und Hilty, W. W. UV-spektrophotometrische Bestimmung von Theophyllin 318.

Condo jr., A. C., siehe Nichols, M. L.

O'Connor, R. T., Heinzelman, D. C., Pack, F. C., und Planck, R. W. Spektrophotometrische Bestimmung verschiedener ungesättigter Säuren 300. — Siehe auch Planck, R. W.

Consden, R., Gordon, A. H., und Martin, A. J. P. Papierchromatographische Technik 257.

Conway, H. S., siehe Walker, D. C.

Cooke, W. D., siehe Streuli, C. A.

Cookson, M. A., und Laney, D. H. Trennungen nach dem Gegenstromverteilungsverfahren 118.

Cooper, R. L., siehe Wedgwood, Ph.

Cope, W. C., und Barab, J. Bestimmung von Nitrosaminen oder Nitraminen mit dem Nitrometer nach Lunge 35.

Corbett, J. A. Bestimmung von Mg und Al in Titanmetall 156.

Coryell, Ch. D., siehe Benedict, J. T.

McCoy, H. N. Europiumbestimmung 227.

McCoy, J. W. Wasseranalyse durch Ionenaustausch 205.

Cozzi, D., und Vivarelli, S. Polarographische Bestimmung von Germanium 359.

Craig, R. L., siehe Shell, H. R.

Criddle, D. W., und le Tourneau, R. L. Untersuchung von Lackverdünnungsmitteln mit Hilfe von Fluorescenzindicatoren 312.

Crittenden, A. L., siehe Shain, I.

McCrone, W. C., siehe Laskowski, D. E.

Crook, R. V., siehe Meeks, J. W.

Csobán, Gy., und Hegedüs, I. Papierchromatographische Trennung der Opiumalkaloide 320.

Cucullu, A. F., siehe Demint, R. J.

McCurdy jr., W. H., siehe Smith, G. F., sowie Wilkins, D. H.

McCutchan, P., siehe Lake, G. R., sowie Moore, R. T.

Cuvelier, B. V. J., siehe Gillis, J.

Dahl, S. Colorimetrische Bestimmung von Tetrachlorhydrochinon 74.

Dansky, I. M., und Hill F. W. Colorimetrische Bestimmung von Chromoxyd als Chromat 457.

Dat Xuong, N., siehe Duval, C.

Dauncey, L. A., siehe Still, J. E.

Davis, H. M., siehe Reynolds, G. F.

Deal, S. B. Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium und Kalium in Zink-Cadmiumsulfid-Phosphoren 224.

Dean, J. A., und Lady, J. H. Colorimetrische Bestimmung von Eisen in Legierungen 216. — Siehe auch Willard, H. H.

Dean, L. A., siehe Shaw, E.

Debray, H. Trennung von Molybdän und Wolfram durch Sublimation 412.

Deckert, W. Nachweis von Morphin und Morphinderivaten in Urin 77.

Décombe, J. Bestimmung von Methylnitrit neben Nitromethan 432.

Deimel, M., und Maurer, W. Trennung und Bestimmung von Ribo- und Desoxyribonucleinsäure 464.

Demint, R. J., Cucullu, A. F., und Hoffpauir, C. L. Qualitätsprüfung von Ricinusbohnen 298.

Denoël, A. Papierchromatographische Analyse von Crataeguspräparaten 447.

Denson, J. R. Flammenphotometrische Bestimmung von Na, K, Mg und Ca in physiologischen Geweben und von Ca in Serum 449.

Desguin, R., siehe Boulin, R.

Deshmukh, G. S., und Joshi, M. K. Titration von Thiocyanat mit Cer-(IV)-sulfatlösung 383.

Deshmukh, G. S., und Swamy, L. K. Reaktion von Seleniten mit Thorium 329.

Desirant, J., siehe Pien, J.

Devin, C., siehe Tourneux, C.

Dimbat, M., siehe Brooks, F. R.

Dimbleby, G. W. Bestimmung von Wasser im Boden 232.

Dinnin, J. I. Spektrophotometrische Bestimmung von Tantal in Erzen 370.

Dirscherl, W., und Otto, K. Verwendbarkeit einer vibrierenden Platinmikroelektrode in der Polarographie 197.

Diviš, L., und Škoda, J. Colorimetrische Cu-Bestimmung mit 2-Isatorimmethyläther 130.

Dollear, F. G., siehe Pack, F. C.

Doman, N. G. Nephelometrische Bestimmung von Gutta und Kautschuk in Pflanzen 308.

MacDougall, D., und Biggs, D. A. Bestimmung von Bor in Holz 238.

Downer, R. J., siehe Pepkowitz, L. P.

Dresia, H. Untersuchungen zur Kaliumbestimmung in Lösungen mit dem Geiger-Müller-Zählrohr 81 [Or].

Drey, R. E. A., und Foster, G. E. Papierchromatographische Trennung der Tropinalkaloide 319.

Drummond, E. M., siehe Trinder, N.

Dubois, Ch., siehe Mischonsniky, S.

Duewell, H. Colorimetrische Bestimmung von Cholesterin und Triterpenalkoholen 303.

Dulac, J., siehe Maume, L.

Dušinský, G. Polarographische Bestimmung von 4-Acetaminobenzaldehydthiosemicarbazon 440.

Duval, C., und (Dat) Xuong, N. (D.) Bestimmung von Aldehyden und Ketonen als Dinitro-2,4-phenylhydrazone 46.

Duyckaerts, G., siehe Goffart, J.

Dwyer, F. P. Herstellung des Cadmiumreagenses „Cadion" 137.

Dwyer, F. P., und Gibson, N. A. Mikrobestimmung von Eisen neben Kobalt, Nickel und Chrom 398.

Earle, T. E. Bestimmung von Disulfiden neben Thiolen 68.

Easterbrook, W. C., und Hamilton, J. B. Mikrobestimmung von Alkoxylgruppen in Celluloseäthern 304.

Eberius, E. Wasserbestimmung nach dem Karl-Fischer-Verfahren 32, 161.

Eberius, E., und Kowalski, W. Sauerstoffbestimmung in Zink und Oxyden 333.

Edsberg, R. L. Polarographische Bestimmung von Thioharnstoff 438. — Siehe auch Siggia, S.

Edwards jr., F. J., siehe Bowen, C. W.

Eegriwe, E. Bestimmung von Aluminium mit Eriochromcyanin R 243.

Egerton, A. C., Everett, A. J., Minkoff, G. J., Rudrakanchana, S., und Salooja, K. C. Bestimmung von organischen Peroxyden und von Wasserstoffperoxyd 434.

Eggleston, L. V., und Hems, R. Papierchromatographische Trennung von ATP, ADP und AMP 79.

Ehrlich, M., siehe Frankenburg, W. G.

Eisenberg, G. M. Colorimetrische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd mit Titansulfat 357.

Elbs, K. Peroxydischwefelsäure bei der Oxydation mit Persulfat 27.

Ellenburg, J. Y., Leddicotte, G. W., und Moore, F. L. Trennung von Niob und Tantal durch Extraktion 374.

Ellis, W. H., und le Tourneau, R. L. Untersuchung von Lackverdünnungsmitteln mit Hilfe von Fluorescenzindicatoren 312.

Elöd, E., und Fröhlich, H. G. Bestimmung von Aminogruppen in Polyamiden 237.

Emeléus, H. J., und Woolf, A. A. Bestimmung von Sauerstoff in Metalloxyden 223.

Ender, F., Fahrbach, E. und Teuber, H. J. Polarographie zur Unterscheidung der Struktur organischer Verbindungen 200.

Enns, J. Bestimmung von Silicium in Glas 222.

Ensslin, F. Bestimmung von Indium 9.

Erdey, L., und Bányai, É. Photometrische Eisenbestimmung in Edelmetallen 218.

Erdey, L., Fleps, V. und Bodor, E. Bestimmung von Phosphor in Silicatgesteinen 228.

Erdey, L., und Mázor, L. Volumetrische Bestimmung von Vanadin 141.

Erdey, L., und Paulik, F. Bestimmung des Schwefelgehaltes von Sulfaten 380. — Siehe auch Fleps, V.

Erlenmeyer, H., siehe Seiler, H.

Ernst, G., siehe Acker, L.

Eschweiler, W., und Roehrs, W. Arsenbestimmung neben anderen Metallen 353.

Escobar-Godoy, R., siehe Burriel-Martí, F.

Escobar del Rey, F., siehe Morreale de Castro, G.

van Espen, J. Papierchromatographischer Nachweis von Adrenalin 443.

Estes, B. T., siehe Fisher, E.

Ettinger, R., siehe Stone, I.

Evans, B. S. Bestimmung von Vanadin und Molybdän 43.

Everett, A. J., siehe Egerton, A. C.

Fahrbach, E., siehe Ender, F.

Falcsik-Szabó, E., siehe Jendrassik, L.

Fales, F. W. Komplexometrische Calciumbestimmung ohne Abtrennung des Phosphates 452.

Farina, P. E. L., siehe Houlihan, J. E.

Feigl, F., und Gentil, V. Tüpfelreaktion auf Zinn mit Morin 36.

Feigl, F., Gentil, V. und Goldstein, D. Nachweis von Zinn in Mineralien, Legierungen und Zinnsalzen 37.

Feltham, R., siehe Willard, H. H.

Fernández-Caldas, E., siehe Burriel-Martí, F.

Filippova, K. I., siehe Kreškov, A. P.

Fincham, C. J. B., und Richardson, F. D. Bestimmung von Schwefel in Mineralien und Schlacken 230.

Findrik, M., siehe Schürch, A. F.

Fischer, J., und Bechtel, H. Rückstandsverfahren zur Bestimmung von Sauerstoff in Zink 332.

Fischer, K. Wasserbestimmung 333.

Fischer, R., und Karawia, M. S. Nachweismethoden für Analgetica und Alkaloide 314.

Fischer, W. Trennung schwer trennbarer Kationen durch Verteilen 25.

Fischer, W., und Harre, W. Extraktion von Germaniumchlorid mit Tetrachlorkohlenstoff 362.

Fischer, W., Harre, W., Frese, W. und Hackstein, K.-G. Trennung von As und Ge durch Verteilen 142.

Fisher, E., Estes, B. T., und Rose, J. E. Nachweis von Cadmium mit Cadion 137.

Flament, P., siehe Meunier, F.

Flaschka, H. Komplexometrische Bleibestimmung 29. — Komplexometrische Eisentitration mit Variaminblau B als Indicator 397.

Flaschka, H., und Abdine, H. Über die alkalimetrische Schnellbestimmung von Kalium nach Fällung mit Natriumtetraphenyloborat 415 [Or].

Flaschka, H., und Amin, A. M. Titration von Kalium und Natrium 128. — Bestimmung von Silicium in Glas 222.

Flaschka, H., Amin, A. M., und Holasek, A. Kaliumbestimmung 237.

Flaschka, H., und Franschitz, W. Über die Anwendung des Indicatorsystems nach Brown und Hayes bei komplexometrischen Titrationen 421 [Or].

Flaschka, H., ter Haar, K., und Bazen, J. Indirekte Bestimmung von Aluminium mit Komplexon 106. — Bestimmung von Thorium mit Komplexon 427.

Flaschka, H., Holasek, A., und Amin, A. M. Kaliumbestimmung 237. — Mikromaßanalytische Untersuchung von Arzneimitteln nach Fällung als Tetraphenyloborate 314.

Flaschka, H., und Huditz, F. Komplexometrische Bestimmung von Blei 29, 61.

Fleckenstein, A., und Gerlach, E. Papierchromatographische Trennung von ATP, ADP und AMP 79.

Fleishman, D. M., siehe Papucci, R. A.

Fleps, V., Simó, B., und Erdey, L. Bestimmung von Phosphor in Silicatgesteinen 228. — Siehe auch Erdey, L.

Focht, R. L., siehe Skoog, D. A.

Ford, C. L. Bestimmung von Aluminium in Portlandzement 59.

de Ford, D. D., siehe de Sesa, M. A.

Forsblom, S., siehe Samuelson, O.

Fossoul, C. Colorimetrische Bestimmung von Antihistaminen 444.

Foster, D. C., und Kremers, H. E. Bestimmung von Europium in Erzen der Seltenen Erden 227.

Foster, G. E., siehe Drey, R. E. A.

Francis, J., siehe Bairstow, S.

Frank-Frederic, S., siehe Lacourt, A.

Frankenburg, W. G., Gottscho, A. M., Kissinger, S., Bender, D., und Ehrlich, M. Analyse von stickstoffhaltigen Inhaltsstoffen von Tabak 309.

Franschitz, W., siehe Flaschka, H.

Franzke, C. Nachweis von Pferdefett in Rinder- bzw. Schweinefett 287.

Frederiks, J. C., siehe Gerritsma, K. W.

Freeman, A. F., siehe Pepper jr., M. B.

Freier, H. E., siehe Snyder, H. R.

Freiser, H., siehe Uhlig, L. J., sowie Walter, J. L.

Frese, W., siehe Fischer, W.

Freude, F., und Kaniss, N. Polarographische Bestimmung von Vitamin C in Arzneimittelgemischen 447.

Freund, H., und Levitt, A. E. Niobbestimmung 368.

Frey, H. Titrationen zur maximalen Trübung 123, 381.

Frisque, A., Meloche, V. W., und Shain, I. Auswertung eines Polarogramms zweier Komponenten 202.

Fritz, J. S., Fulda, M. O., Margerum, S. L., und Lane, E. I. Komplexometrische Zinkbestimmung neben Uran in Legierungen 160.

Fröhlich, H. G., siehe Elöd, E.

Frotscher, I., siehe Jentzsch, D.

Fujinaga, T., siehe Ishibashi, M.

Fulda, M. O., siehe Fritz, J. S.

Fulmer, R. E., siehe Oesper, R. E.

Funston, E. S., siehe Reed, S. A.

Furman, N. H., siehe Adams, R. N., sowie Reilley, C. N.

Gachon, L. Bestimmung von Phosphorsäure in Böden und Pflanzen 233.

Gagliardi, E., und Theis, M. Qualitativer Nachweis von Magnesium

mittels einiger einfacher Monoazofarbstoffe I, 113 [Or]. — Qualitativer Nachweis von Magnesium mittels einiger einfacher Monoazofarbstoffe II, 264 [Or].

Gagnon, J. Spektrophotometrische Bestimmung von Kobalt in Erzen 231.

Gahler, A. R. Bestimmung von Cu in metallurgischen Produkten 146.

Galan, M., siehe Boyd, T. F.

Gandon, Ch. Polarographische Bestimmung von Blei in Gußeisen, Ferromangan und Pyritabbrand 219.

Gantz, C., siehe Stone, I.

Gardner, K., und Heath, D. F. Untersuchung des Insecticids Systox 73.

Gardner, K., Rowland, W. J., und Thomas, H. Konduktometrische Bestimmung von C in Metallen 158.

Gasparič, J., siehe Jurečck, M.

Gassner, K., siehe Schöniger, W.

Gatsis, J. G., siehe Wankat, Ch.

Gaudin, A. M., und Pannell, J. H. Radiometrische Kaliumbestimmung 81.

Gautier, J.-A. Mises au point de Chimie Analytique pure et appliquée et d'Analyse Bromatologique 278 [L].

Gautier, J.-A., und Pignard, P. Komplexometrische Bestimmungsmethoden von Calcium in Blutserum und Körperflüssigkeiten 452.

Gebauhr, W., siehe Geilmann, W.

Geerling, H., siehe Campen, W. A. C.

Geilmann, W., und Brünger, K. Destillation von Germaniumchlorid im Kohlendioxydstrom 360.

Geilmann, W., und Gebauhr, W. Radiometrische Prüfung der Fällung von Kalium als Tetraphenyloborat 416.

Geilmann, W., und Wrigge, F. W. o-Oxychinolin zur Indiumbestimmung 9.

Gent, L. L., Pomatti, R. C., und Levin, H. Spektrophotometrische Bestimmung von Furfurol in raffinierten Ölen 71.

Gentil, V., siehe Feigl, F.

Gerhardt, Tiegel zur Bestimmung der Phosphorsäure nach Lorenz 407.

Gerlach, E., siehe Fleckenstein, A.

Gerritsma, K. W., und Frederiks, J. C. Bestimmung von Fluor in anorganischen Phosphaten 393.

Ghe, A. M., siehe Venturello, G.

Ghezzi, G. Colorimetrische Bestimmung von mit Silicowolframsäure fällbaren Alkaloiden 317.

Ghosh, S. N., Ramachandran, K. S., Venkateswara Rao, R., und Basu, K. P. Änderungen der Trokkensubstanz der Milch bei der Quarkbildung 291.

Gibbons, D., siehe Belcher, R.

Gibson jr., J. A., siehe Wilkinson, P. R.

Gibson, N. A., siehe Dwyer, F. P.

Gierlinger, W., siehe Treiber, E.

Gilbert, E., siehe Grohmann, H.

Gilbert, E. K., siehe Smith, J. B.

Gilchrist, R. Chemische Trennung der Platinmetalle 43.

Gill, R. F., siehe Young, H. Y.

Gillis, J. Empfindlichkeit analytischer Reaktionen 117.

Gillis, J., und Cuvelier, B. V. J. Empfindlichkeit analytischer Reaktionen 117.

Gillis, J., Hoste, J., und Claeys, A. Empfindlichkeit analytischer Reaktionen 117.

Giri, K. V., und Nagabhushanam, A. Papierchromatographische Bestimmung von Lactose in Milch 292.

Giri, K. V., und Nigam, V. N. Reagens zur Lactosebestimmung 292.

v. Gizycki, F., und Reppel, L. Farbreaktionen der Substitutionsprodukte des Harnstoffs 109 [Or].

Gladding, E., und Purves, C. B. Bestimmung von Carbonylgruppen in Oxycellulosen 303.

Glamm jr., A. C., siehe de Sesa, M. A.

Glasser, A. C., Harris, L. E., Christensen, B. V., und Bope, F. W. Bestimmung von α-Pinen und Limonen 316.

Glemser, O., siehe Ziegler, M.

Gloss, G. H., und Olson, B. Fällung von Tetraphenyloboraten 417.

Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie, 8. Aufl., Syst. Nr. 62 (Gold, Lieferung 3 XXI), Syst. Nr. 13 (Bor, Erg.-Bd. VII) 116 [L].

Goffart, J., Michel, G., und Duyckaerts, G. Quecksilber-Komplexonkomplex in der Polarographie 198.

Goldblatt, L. A., siehe Planck, R. W.

Goldstein, D., siehe Feigl, F.

Golubcova, R. B. Bestimmung von Wolfram in hochlegierten Metallen 215.

Gončarova, G. A., siehe Peškova, V. M.

Gordon, A. H., siehe Consden, R.

Gottlieb, K. R. Colorimetrische Bestimmung von Tropasäureestern 320.

Gottlieb, O. R. Analytische Auswertung von Austauschreaktionen zwischen löslichen und wenig löslichen Elektrolyten 33.

Gottschalk, G. Eine automatische Trennsäule für die analytische Praxis 342 [Or].

Gottscho, A. M., siehe Frankenburg, W. G.

Grandjean, H. H., siehe Rosenmund, K. W.

Grassmann, W. Papierelektrophoretische Methode 442.

Green, Ch., siehe Chargaff, E.

Grewe, R. Ein neuer Verbrennungsofen für die Elementaranalyse 321 [Or].

Gribova, E. A., siehe Peškova, V. M.

Grier, J. G., siehe Rowley, R. J.

Griffith, C. B., siehe Mallett, M. W.

Grigg, J. L. Schnellmethode von Molybdän im Boden 234.

Grimaldi, F. S., und White, Ch. E. Colorimetrische Bestimmung von Zirkon mit Quercetin 365.

Grinberg, A. A., Karpenko, N. B., und Maksimjuk, E. A. Potentiometrische Titration von Eisen(II), Iridium(III) und Platin(II) 142.

Grohmann, H., und Gilbert, E. Polarographische Bestimmung von Äpfelsäure in Traubenmost und Wein 283.

Grosjean, L., siehe Lavallée, G.

Grosse, A. V., Hindin, S. G., und Kirshenbaum, A. D. Sauerstoffbestimmung 237.

Grosskopf, K. Bestimmung des Atemalkoholes 76.

Grubb, H. M., siehe Schmauch, L. J.

Gruch, W. Papierchromatographische Trennung von DDT, HCH und E 605 73.

Guba, F., siehe Schulek, E.

Günther, E. Polarographische Bestimmung von Vitamin C 447.

Guenther, E., und Langenau, E. E. Analytische Untersuchung von ätherischen Ölen 314.

Guigoz, M., siehe Gautier, J.-A. Mises au point de Chimie Analytique 279 [L].

Guillot, M., siehe Gautier, J.-A. Mises au point de Chimie Analytique 278 [L].

Das Gupta, A. K., und Nair, C. K. N. Polarographische Bestimmung von vierwertigem Germanium 359.

Das-Gupta, H. N. Jodometrisches Arsenbestimmungsverfahren 353.

Gusev, S. I., Bitovt, Z. A., und Chorkov, L. K. Nephelometrische Bestimmung von Zink in Blut 75.

Guyer, H., siehe Treadwell, W. D.

Gyenes, I. Bestimmung von Pyridin in technischem 4-Äthylpyridin 313.

ter Haar, K. Fluorbestimmung als Bleichlorfluorid 386. — Siehe auch Flaschka, H.

Hackstein, K.-G., siehe Fischer, W.

Hadorn, H. Bestimmung von Aluminium in Lebensmitteln 241, 244.

Hadorn, H., und Jungkunz, R. Bestimmung der Peroxydzahl 289.

Haenni, E. O. Kober-Reagens zur Bestimmung von α-Oestradiol 460.

Haenni, E. O., Carol, J., und Banes, D. Colorimetrische Bestimmung von α-Oestradiol in Mischungen von anderen Oestrogenen 459.

Hahn, F. L. Eisenbestimmung 397.

Haight jr., G. P. Polarographische Bestimmung von Molybdän 57.

Hall, M. E. Polarographische Bestimmung von elementarem Schwefel und Schwefelverbindungen in Petroleumfraktionen 66.

Halpern, M., siehe Bobtelsky, M.

Hamilton, J. B., siehe Easterbrook, W. C.

Hammer, C. F., und Roe, H. R. UR-spektrographische Bestimmung von Cyclohexan in Petroleum 70.

Hammock, E. W., und Swift, E. H. Einfluß von Kupfer(I)-jodid auf die jodometrische Eisenbestimmung 397.

Handley, F. W., siehe Trinder, N.

Hanes, C. S., und Isherwood, F. A. Molybdatreagens zur Identifizierung von Adeninphosphaten auf Papierchromatogrammen 79.

Hannig, E. Bestimmung von Falicain als Reineckat 441.

Hans, W., und v. Sturm, F. Polarographie in organischen Lösungsmitteln 201.

Hargrave, K. R., siehe Barnard, D.

Harley, J. H., siehe Revinson, D.

Harre, W., siehe Fischer, W.

Harris, L. E., siehe Glasser, A. C.

Harris, W. E., siehe Kolthoff, I. M.

Harrison, G. A. F., siehe Tullo, J. W.

Harrison, G. E., und Raymond, W. H. A. Mikrobestimmung von Calcium 131.

Hart, J. R., siehe Hunt, W. H.

Harter, G. J., siehe Rodgers, J. F.

Hartford, W. H. Analyse von Chromerzen 230.

Hartkamp, H., siehe Specker, H.

Hartmann, H., Hofmann, W., und Schulte-Schepping, K. H. Sauerstoffbestimmung in Zink 332.

Hartmann, H., und Ströhl, G. Sauerstoffbestimmung in Zink, Cadmium und Blei 332 [Or].

Harvey, H. W. Bestimmung von Phosphor in biologischem Material 456.

Haskell, W. W., siehe Warner, B. R.

Haslam, J., siehe Clasper, M.

Hasselbach, H. Bestimmung von Citral und Citronellal in Citronell- und Pomeranzenöl 316.

Hastings, J., und McClarity, T. A. Colorimetrische Bestimmung von Niob in Tantal und Tantaloxyd 367.

Hastings, J., McClarity, T. A., und Broderick, E. J. Photometrische Bestimmung von Fe, Cu und Ti in Tantal und Tantaloxyd 156.

Hauser, R., siehe Treadwell, W. D.

Haworth, R. C., und Mann, F. G. Zusammensetzung des Bleithiocarbamidnitratniederschlages 28.

Haxel, O., siehe Houtermans, F. G.

Hayes, T. J., siehe Brown, E. G.

Headlee, A. J., siehe Wilkinson, P. R.

Heath, D. F., siehe Gardner, K.

Hecht, F., und Bartelmus, G. Oxingermano-12-molybdat 360. — Siehe auch Bartelmus, G., sowie Ladenbauer, I.-M.

Hegedüs, I., siehe Csobán, Gy.

Heilmeyer, L., und Plöttner, K. Eisenbestimmung im Blutserum 458.

Heintze, J., siehe Houtermans, F. G.

Heinzelman, D. C., siehe O'Connor, R. T., sowie Planck, R. W.

Helberg, E. Bestimmung des Eigehaltes von Eierteigwaren 295.

Heller, K. Arsenbestimmungsverfahren 353.

Hellingman, I. E., siehe Ketelaar, I. A. A.

Hems, R., siehe Eggleston, L. V.

Henick, A. S., Benca, M. F., und Mitchell jr., J. H. Colorimetrische Bestimmung von Carbonylverbindungen in ranzigen Fetten und Nahrungsmitteln 291.

Hennig, K., und Burkhardt, R. Polarographische Bestimmung von Äpfelsäure in Traubenmost und Wein 283.

McHenry, E. W., siehe White, J.

Hermann, P. Spektrographische Trennung von Niob und Tantal 376.

Hessler, W., und Meinhardt, G. Bestimmung von unverzweigten Kohlenwasserstoffen mit Hilfe von Harnstoffeinschlußverbindungen 68, 69, 441.

Heusghem, C. Fluorimetrische Bestimmung der Oestrogene im Harn 462.

Hibbert, E., siehe Knecht, E.

Hicks, H. G., siehe Stevenson, P. C.

Higuchi, T., und Patel, K. P. Chromatographische Trennung von Coffein, Aspirin und Phenacetin 112.

Hill, F. W., siehe Dansky, L. M.

Hilty, W. W., siehe Comer, J. P.

Hindin, S. G., siehe Grosse, A. V.

Hiskey, C. F., und Batik, A. L. Abtrennung von Niob und Tantal von anderen Metallen durch Chlorierung 374.

Hiskey, C. F., Newman, L., und Atkinson, R. H. Trennung von Niob und Tantal durch Chlorierung 375. — Siehe auch Atkinson, R. H., sowie Palilla, F. C.

Hoekstra, H. R., und Katz, J. J. Bestimmung von Sauerstoff in den Oxyden seltener Metalle 223.

Höltje, R. Bestimmung von Zinn 157.

Hoffmann, J., siehe Lacourt, A.

Hoffmann, W. Nachweis von Polamidon in Postonalsuppositorien 442.

Hoffpauir, C. L., siehe Demint, R. J.

Hofmann, W., siehe Barteld, K., sowie Hartmann, H.

Holasek, A., siehe Flaschka, H.

Holmes, R. L., siehe McKinney, R. S.

Hommel, W. Trennung von Mo und W durch Sublimation unter HCl-Gas 413.

Hopff, H., Müller, A., und Wenger, F. Die Polyamide 50 [L].

Hopkinson, F. D., siehe Wernimont, G.

Horton, A. D. Colorimetrische Zirkonbestimmung mit Thoron 365.

Horton, Ch. A., siehe Willard, H. H.

Hoste, J., siehe Gillis, J.

Houf, W. H., und Schuetz, R. D. Bromometrische Bestimmung organischer Sulfide 435.

Hough, Ch. R., siehe Wold, A.

Houlihan, J. E., und Farina, P. E. L. Colorimetrische Eisenbestimmung mit Rhodanid 398.

Hourigan, H. F., und Robinson, J. W. Polarographische Bestimmung von Antimon in Blei-Antimonlegierungen 160.

Houtermans, F. G., Haxel, O., und Heintze, J. Radioaktivität von Kalium 81.

Howie, M. P., siehe Smith, J. B.

Huditz, F., siehe Flaschka, H.

Hugel, E. Nachweis von Polytran 303.

Hume, D. N., siehe Lauw-Zecha, A. B. H., sowie de Sesa, M. A.

Hunt, E. C., und Wells, R. A. Chromatographische Bestimmung von Niob 367. — Bestimmung von Niob und Tantal in Mischungen ihrer Oxyde 370.

Hunt jr., W. G. Wasseranalyse durch Ionenaustausch 205.

Hunt, W. H., Neustadt, M. H., Hart, J. R., und Zeleny, L. Schnellbestimmung des Ölgehaltes in Flachssamen und Sojabohnen 297.

Hunter, G. J., MacNulty, B. J., und Terry, E. A. Spektrophotometrische Bestimmung von Fluorid mit Aluminium-Hämatoxylinreagens 389. — Siehe auch Beveridge, J. S., sowie MacNulty, B. J.

Huré, J., und Saint James-Schonberg, R. Bestimmung von Cer im Uran 214.

Husband, L. J. B. Automatische Vorrichtung zur Herstellung von Papierchromatogrammen 121.

Hybbinette, A.-G., und Benedetti-Pichler, A. A. Mikrobürette 285.

Hyman, H. H., siehe Sheft, I.

Ijlstra, S., siehe Samson, S.

Ikenberry, L., Martin, J. L., und Boyer, W. J. Bestimmung von Nb, W und Ta in Stählen 148.

Inczédy, A., siehe Kevei, E.

Inoue, T., siehe Kariyone, T.

MacIntyre, I. Flammenspektrophotometrische Bestimmung von Calcium im Serum 451.

Irreverre, F., und Martin, W. Papierchromatographische Arbeitstechnik 119.

Irving, H. M., und Butler, E. J. Colorimetrische Bestimmung von Blei in biologischem Material mit Dithizonat 454.

Isaacs, M. L. Chloridbestimmung 208.

Isecke, K. Bestimmung von ätherischen Ölen in Drogen 315.

Iselin, E. Bestimmung der Peroxydzahl 289.

Isherwood, F. A., siehe Hanes, C. S.

Ishibashi, M., Fujinaga, T., und Kawamura, K. Amperometrische Bestimmung von Nickel mit Cyclohexandiondioxim 144.

Iya, K. K., siehe Laxminarayana, H.

Jacquet, J., siehe Saingt, O.

Jäger, R., siehe Acker, L.

Jakobsen, F. Nachweis von Polytran 303.

Jámbor, B. Bestimmungsmethoden kleiner Nitritmengen 38. — Nitritbestimmung in Pflanzenteilen 38.

Jander, G., siehe Maass, G.

Jantsch, G., Zemek, F., und Zemek, O. Bestimmung des Gesamtschwefels in Kohlen 309.

Jasperson, H. Bestimmung von Olefinen und Cycloolefinen 310.

Jaudon, E., siehe Boulin, R.

Jelling, M. J., siehe Kokatnur, V. R.

Jendrassik, L., und Falcsik-Szabó, E. Bestimmung von Nitrit 38.

Jeník, J., siehe Přibil, R.

Jentzsch, D., und Frotscher, I. Anwendung von Ionenaustauschern in der analytischen Chemie. I. Trennung von Lithium-, Natrium- und Kalium-Ionen 1 [Or]. — Anwendung von Ionenaustauschern in der analytischen Chemie. II. Adsorptionsverhalten von Elementen an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17 [Or]; 11.

Jentzsch, D., Frotscher, I., Schwerdtfeger, G., und Sarfert, G. Quantitative Analyse auf Indium 8 [Or].

Jepson, J. B., und Smith, I. Mehrfachtauchmethode in der Papierchromatographie 118.

Jörgensen, G. Phosphorsäurebestimmung 411.

Joffe, B. V., und Sergeeva, Z. I. Nitrometer nach Lunge 35.

Johnson, C. M., und Arkley, T. H. Bestimmung von Molybdän in Pflanzensubstanzen 239.

Johnson, M. G., und Robinson, R. J. Polarographische Nitritbestimmung 39.

Johnson, R. A., und Kwan, F. P. Tellurbestimmung als Jod-Tellurkomplex 212.

Josepovits, Gy., und Privitzer, K. Polarographische Bestimmung von Parathion 72.

Joshi, M. K., siehe Deshmukh, G. S.

Judd, W. C., siehe Pepkowitz, L. P.

Jungkunz, R., siehe Hadorn, H.

Jureček, M., Večeřa, M., und Gasparič, J. Identifizierung von Dialkylsulfiden 436.

Kästner, F. Einführung in den Gebrauch des Polarisationsmikroskopes 30 [L].

Kahane, E., und Sackur, O. Colorimetrische Bestimmung von Diphenyloxindol und seiner Acetylderivate 49. — Bestimmung von Pyridincarbonsäurehydraziden 50.

Kalauch, C., siehe Lottermoser, A. Einführung in die Kolloidchemie 32 [L].

Kaliničenko, I. I. Spanlose Eisenbestimmung in Kupferlegierungen 153.

Kaniss, N., siehe Freude, F.

Kanngiesser, W., siehe Pfeil, E.

Karawia, M. S., siehe Fischer, R.

Karchmer, J. H., und Walker, M. T. Polarographische Bestimmung von organischen Polysulfiden 437.

Kariyone, T., und Inoue, T. Papierchromatographische Trennung von Purinen und Pyrimidinen von hydrolysierten Nucleinsäuren 463.

Karpenko, N. B., siehe Grinberg, A. A.

Karr jr., C. Nachweisreaktionen für Schwefelverbindungen in Petroleum 66.

Karr jr., C., Weatherford jr., W. D., und Capell, R. G. Chromatographische Fraktionierung unverdünnter Erdöle 62.

Kathen, H. Eisenbestimmung im Blutserum 458.

Katz, J. J., siehe Hoekstra, H. R. sowie Sheft, I.

Kaufmann, H. P., und Baltes, J. Polarographische Untersuchungen auf dem Fettgebiet 297.

Kaverzneva, E. D., und Salova, A. S. Bestimmung von Carbonylgruppen in Oxycellulosen 303.

Kawamura, K., siehe Ishibashi, M.

Kay, H. Bestimmung des organischen Kohlenstoffes in Meerwasser 209.

Kazanskij, B. A., Rozengart, M. I., Sterligov, O. D., und Tarasova, G. A. Untersuchung von binären Ge-

mischen von aromatischen, aliphatischen Kohlenwasserstoffen und Naphthenen 432.

Kenny, A. D., und Toverud, S. U. Komplexometrische Calciumbestimmung im Blutserum 452.

Kenyon, O. A., und Bewick, H. A. Photometrische Bestimmung von SiO_2 in Alkalien 221.

Ketelaar, I. A. A., und Hellingman, I. E. Bestimmung von Parathion in Tomaten 296.

Keup, W. Papierchromatographischer Nachweis von Phenylbrenztraubensäure im Harn 77.

Kevei, E., und Inczédy, A. Bestimmung von Dehydracetsäure in Obstsäften 283.

Kimura, M., siehe Mori, I.

Kingsley, G. R., und Schaffert, R. R. Gleichzeitige Bestimmung von Na, K und Ca in biologischer Flüssigkeit 450.

McKinney, R. S., und Holmes, R. L. Bestimmung von Ölen in Holzölprodukten 299.

Kinnunen, J., und Merikanto, B. Komplexometrische Zinkbestimmung 61.

Kinnunen, J., Merikanto, B., und Wennerstrand, B. Colorimetrische Bestimmung von Kobalt in metallurgischen Produkten 225.

Kinnunen, J., und Wennerstrand, B. Analyse von technischem Nickelsulfat 60.

Kirby, H. W. Radiumbestimmung durch Zählung der α-Teilchen 135.

Kirshenbaum, A. D., und Streng, A. G. Bestimmung von Sauerstoff in Kautschuk 237. — Siehe auch Grosse, A. V.

Kissinger, S., siehe Frankenburg, W. G.

Kitchener, J. A., Liebermann, A., und Spratt, D. A. Bestimmung von Schwefelwasserstoff durch Absorption und gleichzeitige Oxydation in alkalischer Hypochloritlösung 378.

Klee, J., siehe Springer, U.

Klein, S. F., siehe Bobtelsky, M.

Klingenberg, J. J., und Papucci, R. A. Fällung von Zirkonium 364.

Klingenberg, J. J., Vlannes, P. N., und Mendel, M. G. Gravimetrische Bestimmung von Zirkon mit Benzilsäure 364. — Siehe auch Oesper, R. E. sowie Papucci, R. A.

Klingmann, D. W., siehe Banks, C. V.

Klöpping, W. Schnellmethode zur Bestimmung des Chlormagnesium- bzw. Carnallitgehaltes in Kalirohsalzen 220.

Klug, H. P., und Alexander, L. E. X-Ray Diffraction Procedures for Polycristalline and Amorphous Materials 32 [L].

Knecht, E., und Hibbert, E. Bestimmung von Titan 55.

Knight, H. B., siehe Willits, C. O.

Knippenberg, E., siehe Alten, F.

Knowles, G., und Lowden, G. F. Amperometrische Endpunktsbestimmung der Jod-Thiosulfattitration 34.

Knudson, G. E., siehe Popov, A. I.

Kobrová, M., siehe Přibil, R.

Köhle, K., siehe Specker, H.

Koehmstedt, P. L., siehe Mehlig, J. P.

König, A., siehe Vollmert, F.

Kofes, A., siehe Pezold, F. A.

Kohler, M. Fällung und Zersetzungsgeschwindigkeit von Natriumtetraphenyloborat in mineralsaurer Lösung 416.

Kokatnur, V. R., und Jelling, M. J. Bestimmung von Benzoylperoxyd 435.

Kolthoff, I. M. Bromphenolblau als Adsorptionsindicator 159. — Siehe auch Mitchell jr., J.

Kolthoff, I. M., Harris, W. E., und Matsuyama, G. Polarographische Nitratbestimmung 456.

Kolthoff, I. M., und Lingane, J. J. Volumetrische Bestimmung von Uran mit Dichromatlösung 383.

Kolthoff, I. M., und Tanaka, N. Versuche an ruhenden und rotierenden Platindrahtelektroden 196.

Koren, H., siehe Treiber, E.

Korenman, I. M., und Beljakov, A. A. Nachweis von Cyan-Ionen in Lösungen in der Gaskammer 35.

Kowalski, W., siehe Eberius, E.

Kozyreva, L. V., siehe Kuznecov, V. I.

Král, S., und Kysil, B. Polarographische Bestimmung von Zinn in Legierungen sowie Stahl 216.

Kramer, B., und Tisdall, F. F. Bestimmung von Kalium in biologischem Material 448.

Kraus, K. A., und Moore, G. E. Trennung verschiedener Elemente durch Ionenaustausch 11, 17. — Siehe auch Moore, G. E.

Kremers, H. E., siehe Foster, D. C.

Kremkus, F., siehe Rauterberg, E.

Krešković, A. P., Vilborg, S. S., und Filippova, K. I. Nachweis von Rhodanid-Ionen 36. — Farbreaktionen auf Oxalate und Sulfite 47.

Krishnan, P. S., siehe Sumner, J. B.

Kuchtner, M., siehe Specker, H.

Kudra, O. K., siehe Plotnikow, W. A.

Kühns, K., und Müller, G. Flammenphotometrische Bestimmung von Na, K und Ca 129.

Kürschner, K., und Švejcpacherová, T. Bestimmung von Lignin in verholzten pflanzlichen Geweben 239. — Bestimmung von Methoxyl 240.

Kuhnhenn, W., siehe Rosenmund, K. W.

Kulberg, L. M., und Mustafin, I. S. Tüpfelnachweis von Aldehyden 45.

Kunos, F., siehe Millner, T.

Kurtz, T., siehe Cheng, K. L.

Kuznecov, V. I., und Kozyreva, L. V. Reaktionen des vierwertigen Vanadins 139.

Kysil, B., siehe Král, S.

Lacourt, A., Sommereyns, Gh., Hoffmann, J., Frank-Frederic, S., und Wantier, G. Papierchromatographische Trennung von Mo und V 42.

Ladenbauer, I.-M., Bradacs, L. K., und Hecht, F. Papierchromatographischer Nachweis von Germanium mit Phenylfluoron 361.

Ladenbauer, I.-M., und Hecht, F. Lösungsmittelgemische zur papierchromatographischen Abtrennung von Germanium 361.

Lady, J. H., siehe Dean, J. A.

Lafontaine, D., siehe Pien, J.

Lake, G. R., McCutchan, P., van Meter, R., und Neel, J. C. Modifizierte Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl 65.

Lambert, B. M., und Neish, A. C. Bestimmung von fetten Ölen in Citronellöl 316.

Lambert, J. L. Colorimetrische Bestimmung von Fluorid 391.

Landecker, M., siehe Weiss, L.

Lane, E. I., siehe Fritz, J. S.

Laney, D. H., siehe Cookson, M. A.

Lang, K. Titration von Chlorid in biologischem Material 458.

Langenau, E. E., siehe Guenther, E.

Lappin, G. R., und Clark, L. C. Dinitrophenylhydrazin als Reagens auf Carbonylverbindungen 291.

Laskowski, D. E., und McCrone, W. C. Papierchromatographische Technik 121.

Launer, H. F., und Tomimatsu, Y. Bestimmung von Cellulose, Stärke und anderen Kohlenhydraten 49.

Lautsch, W., Manecke, G., und Broser, W. Trennung von Aminosäuren an Carboxylpapier 256.

Lauw-Zecha, A. B. H., Lord jr., S. S., und Hume, D. N. Niobbestimmung 368.

Lavallée, G., und Grosjean, L. Bestimmung von m-Aminophenol in PAS-Natrium 446.

Lawrence, A. M., siehe Remmert, L. F.

Lawrie. Bestimmung von Trimethylenglykol 296.

Lawson, N. D., siehe Livingstone, J. K.

Laxminarayana, H., und Iya, K. K. Qualitätsbestimmung der Milch 291.

Layton, W. M., siehe Zimmermann, W. J.

Lea, C. H. Bestimmung der Peroxydzahl 289. — Jodometrische Bestimmung organischer Peroxyde 433.

Lear, J. B., und Mellon, M. G. Colorimetrische Bestimmung von Nickel mit β-Mercaptopropionsäure 143.

Lecher, H., und Siefken, W. Reaktion zwischen salpetriger Säure und Triphenylmethylmercaptan 187.

Lecomte, J. UR-spektroskopische Bestimmung von gesättigten und ungesättigten Fettsäuren sowie gesättigten und ungesättigten aliphatischen Estern 47.

Leddicotte, G. W., siehe Ellenburg, J. Y.

Lederer, E., und Tchen, P. K. Bestimmung von Cholesterin und Triterpenalkoholen 303.

Lederer, M. Papierchromatographische Bestimmung von Germanium (IV) 360.

Lein, M., siehe Albanese, A.

Lemmon, W. R., siehe Sargent, J. W.

Leo, R., und Brylka, G. Bestimmung von Chrom in Temperguß 149.

Leušina, I. K., siehe Teodorovič, I. L.

Levin, H., siehe Gent, L. L., sowie Uhrig, K.

Levine, C., siehe Chargaff, E.

Levitt, A. E., siehe Freund, H.

Lewin, S. Z., siehe Lucchesi, P. J.

Lewis, J. A., und Overton, K. C. Apparatur zur automatischen polarographischen Registrierung 200.

Liddell, H. F. Colorimetrische Bestimmung von Fluorid 391.

Lieb, H., siehe Schöniger, W.

Liebermann, A., siehe Kitchener, J. A.

Lindner, J. Sauerstoffbestimmung in Metalloxyden 333.

Lingane, J. J., siehe Kolthoff, I. M.

Livingstone, J. K., und Lawson, N. D. Photometrische Kupferbestimmung in Benzin 63.

Llacer, A. Bestimmung reduzierender Zucker in Weinen und Likören 284.

Lord jr., S. S., und Rogers, L. B. Polarogramme an festen Gold-, Graphit-, Bleidioxyd- und Platin-Elektroden 196. — Siehe auch Lauw-Zecha, A. B. H.

v. Lorenz, N. Bestimmung von Phosphorsäure 407.

Lottermoser, A. Einführung in die Kolloidchemie unter besonderer Berücksichtigung der anorganischen Kolloide 32 [L].

Lowden, G. F., siehe Knowles, G.

Lubs, H. A., siehe Clark, W. M.

Lucchesi, P. J., Lewin, S. Z., und Vance, J. E. Photometrische Bestimmung von Strontium 133.

Luddy, F. E., Turner jr., A., und Scanlan, J. T. Spektrophotometrische Bestimmung von Cholesterin und Triterpenalkoholen in Wollwachs 302.

Ludewig, W. H., siehe Colichman, E. L.

Lücker, F., siehe Neubauer, H.

Luis, P. Nachweis von Nicotin 318.

Luke, C. L. Bestimmung von Silicium in Eisen-, Nickel- und Kupferlegierungen 218.

Luke, C. L., und Campbell, M. E. Photometrische Bestimmung von Verunreinigungen von Germanium und Silicium 159.

Lykken, L., siehe Brooks, F. R.

Maass, G., und Jander, G. Titrationen in wasserfreier Essigsäure 123.

Macheboeuf, M., siehe Munier, R.

Mahr, C., und Ohle, H. Abscheidung von Blei als Bleithiocarbamidnitrat 28. — Cadmiumbestimmung als Reineckat des Cd-Thioharnstoffkations 138.

Mahr, C., und Otterbein, H. Ein Beitrag zur Bleibestimmung 28 [Or].

Maksimjuk, E. A., siehe Grinberg, A. A.

Malát, M., Suk, V., und Ryba, O. Komplexometrische Titration von Wismut 40. — Siehe auch Přibil, R.

Malínek, M. Trennung von Molybdän und Vanadin 42.

Malissa, H., und Weigert, E. Bestimmung von Eisen mit Natriumpenicillin G 396. — Siehe auch Vioque-Pizarro, A.

Mallett, M. W., und Griffith, C. B. Sauerstoffbestimmung in Titan 56. — Siehe auch Albrecht, W. M.

Malooly, W. F., siehe Putsché, H. M.

Maltby, J. G., und Primavesi, G. R. Titrimetrische Bestimmung von Benzaldehyd und Vanillin in Lebensmitteln 279.

Manecke, G., siehe Lautsch, W.

Mann, F. G., siehe Haworth, R. C.

Mannelli, G. Bestimmung von Silber in Blei 159.

Mapstone, G. E. Bestimmung von Schwefel in Benzin 311.

Margerum, D. M., und Banks, C. V. Spektrophotometrische Bestimmung von Eisen in verschiedenen Metallen 217.

Margerum, S. L., siehe Fritz, J. S.

Markham, R., und Smith, J. D. Lokalisierung von Adeninverbindungen durch UV-Photographie 79.

Markwardt, F. Chromatographische Bestimmung von natürlichen und künstlichen Oestrogenen 462.

Marsh, M. M., siehe Brown, J. A.

Martin, A. J. P., siehe Consden, R.

Martin, C. C., und Sankin, A. Bestimmung der Anzahl von aromatischen und Naphthenringen in aromatischen Kohlenwasserstoffen 69.

Martin, E. L., siehe Willard, H. H.

Martin, G. Colorimetrische Mikrobestimmung von Zink in biologischem Material 75.

Martin, J. L., siehe Ikenberry, L.

Martin, W., siehe Irreverre, F.

Marzys, A. E. O. Colorimetrische Bestimmung von Niob 368.

Maslennikov, A. S. Colorimetrische Bestimmung von α-Naphthylthioharnstoff in Krysid 74.

Matsuyama, G., siehe Kolthoff, I. M.

Maume, L., Dulac, J., und Bouat, A. Phosphorsäurebestimmung 233.

Maurer, W., siehe Deimel, M.

Mayne, J. E. O., und Noordhof, G. H. Zinkbestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 137.

Mázor, L., siehe Erdey, L.

Meeker, R. F., und Pomatti, R. C. Spektrochemische Bestimmung von Fe, Pb, Cu, Al, Sn und Ag in Schmierölen 63.

Meeks, J. W., Crook, R. V., Pardo jr., C. E., und Clark, F. E. Bestimmung von Kautschukkohlenwasserstoffen in Pflanzen 308.

Mehlig, J. P., und Koehmstedt, P. A. Spektrophotometrische Kupferbestimmung in Erzen 225.

Meinhardt, G., siehe Hessler, W.

Meites, L. Polarographische Bestimmung von Molybdän neben viel Wolfram 42.

Mela jr., H., siehe Waring, C. L.

Mellette, S. J., Brodsky, W. A., und Palmer jr., L. Bestimmung von Nitrat in biologischen Flüssigkeiten 455.

Mellon, M. G., siehe Lear, J. B., sowie Wadelin, C.

Meloche, V. W., und Shapiro, R. Spektrographische Bestimmung von Calcium und Magnesium in Seewasser 206. — Siehe auch Frisque, A.

Mendel, M. G., siehe Klingenberg, J. J.

Mennucci, L. A. Thalliumnachweis in biologischem Material 453.

Mercer, R. A., und Wells, R. A. Trennung des Nb und Ta von anderen Metallen 373.

Merikanto, B., siehe Kinnunen, J.

van Meter, R., siehe Lake, G. R.

Metzl, K., und Mrva, J. Bestimmung von Harzsäuren neben Fettsäuren in Seifen 301.

Meunier, F., und Flament, P. Bestimmung des Sauerstoffs in kohlenstoffhaltigen Stählen 146. — Bestimmung von Aluminiumoxyd in Stählen 147.

Meunier, P. Abtrennung des Aluminiums von Cu, Fe, Mn 244.

Meurice, A., und Meurice, Ch. Analyse des Matières minérales 31 [L].

Meurice, Ch., siehe Meurice, A.

Meyer, A. H., siehe Truog, E.

Meyer, V. J., siehe Rosenheim, A.

Meyerson, S. Massenspektrometrische Bestimmung von Benzol, Cyclohexan und Methylcyclopentan in Erdölen 69.

Michal, J., siehe Přibil, R.

Michel, G. Amperometrische Titration verschiedener Kationen in Gegenwart von Komplexon 199. — Siehe auch Goffart, J.

Michler, W. Farbreaktion von Substitutionsprodukten des Harnstoffs 109.

Michod, J., siehe Brunisholz, G.

Mieszkis, K. W. Extraktion flüssiger Proben mit flüssigem Extraktionsmittel 118.

Mikula, J. J., und Codell, M. Polarographische Al-Bestimmung in Titanlegierungen 213. — Siehe auch Codell, M.

von Mikusch, J. D., siehe Pelikan, K. A.

Miller, Ch. C., und Chalmers, R. A. Mikrobestimmung von Al in Silicatgesteinen 226.

Millner, T., und Kúnos, F. Aluminiumbestimmung mit Eriochromcyanin R 242, 243.

Milner, G. W. C., und Phennah, P. J. Komplexometrische Zirkonbestimmung 364, 427.

Milner, G. W. C., und Smales, A. A. Photometrische Bestimmung von Niob 369. — Bestimmung von Niob in rostfreiem Stahl 376.

Milner, G. W. C., Wood, A. J., und Woodhead, J. L. Trennung und Bestimmung von Gallium durch Extraktion 359.

Milner, G. W. C., und Woodhead, J. L. Komplexometrische Bestimmung von Aluminium in Nichteisenlegierungen 213. — Bindung von Al an Komplexon 424.

Milone, M., Cetini, G., und Ricca, F. Möglichkeiten der Fällungschromatographie 119.

Minkoff, G. J., siehe Bruschweiler, H., sowie Egerton, A. C.

Mischonsniky, S., Dubois, Ch., und Bastien, P. Bestimmung oxydischer Einschlüsse in Stählen 146.

Mitchell jr., J., Kolthoff, I. M., Proskauer, E. S., und Weissberger, A. Organic Analysis 430 [L].

Mitchell, J., und Smith, D. M. Lösungsmittel bei der Karl-Fischer-Titration 161.

Mitchell jr., J. H., siehe Henick, A. S.

Mitchell, L. C. Papierchromatographische Bestimmung von Dilan 72.

Mjasnikov, V. A. Nachweis von Tetraäthylblei in Benzin 64.

Möhlau, E. Wasseranalyse durch Ionenaustausch 205.

Møller, J., und Mogensen, T. Bestimmung des verfügbaren Phosphates im Boden durch Ionenaustausch 233.

Mogensen, S., siehe Tammelin, L.-E.

Mogensen, T., siehe Møller, J.

Mohaupt, M. J., siehe Bloch, H. S.

Mondl, G., siehe Ballczo, H.

Moore, C. E., siehe Caley, E. R.

Moore, F. L., siehe Ellenburg, J. Y.

Moore, G. E., und Kraus, K. A. Chlorkomplexe verschiedener Elemente beim Ionenaustausch 19. — Siehe auch Kraus, K. A.

Moore, R. T., McCutchan, P., und Young, D. A. Colorimetrische Bestimmung des Pyrrolstickstoffs 65. — Siehe auch Ward jr., L. F.

Mora Lara, R. J., siehe Morreale de Castro, G.

Moreau, L., Talbot, J., und Bourrat, J. Bestimmung von Sauerstoff und Kohlenstoff in reinem Eisen 145.

Morgan, R. R. T., siehe Williams, T. R.

Mori, I., und Kimura, M. Papierelektrophorese von Lebensmittelfarben 281.

Morreale de Castro, G., Mora Lara, R. J., und Escobar del Rey, F. Mikrobestimmung von Na im Serum 449.

Morris, S. G., siehe Willits, C. O.

Mortimore, D. M., und Noble, L. A. Spektrographische Bestimmung von Hafnium in Zirkonium 366.

Motohashi, N., siehe Akiya, Sh.

Mottier, M., siehe Potterat, M.

Mrva, J., siehe Metzl, K.

Mühlberger, F. H., siehe Thaler, H.

Müller, A., siehe Hopff, H.

Müller, G., siehe Kühns, K.

Müller, P. B. Bestimmung der Oxydationsbereitschaft in Fetten und Ölen 290.

Munier, R., und Macheboeuf, M. Nachweis verschiedener Alkaloide mit Phosphormolybdänsäure 112.

Munsche, D. Polarographische Bestimmung von Nitrat im pflanzenphysiologischen Versuch 456.

Murray, K. A., siehe Press, R. E.

Musil, A., und Pietsch, R. Die Fällung von Wismut mit Arsanilsäure 347 [Or]. — Zusammensetzung der Arsanilatniederschläge verschiedener Metalle 353.

Musil, A., und Theis, M. Die komplexometrische Bestimmung des Eisens mit Chromazurol S als Indicator 351 [Or]. — Die direkte komplexometrische Bestimmung des Zirkoniums 427 [Or].

Mustafin, I. S., siehe Kulberg, L. M.

Nagabhushanam, A., siehe Giri, K. V.

Nair, C. K. N., siehe Das Gupta, A. K.

Naitô, H., siehe Sugawara, K.

Navone, R. Natriumbestimmung in Wasser durch Ionenaustausch 205.

Neel, J. C., siehe Lake, G. R.

Neilands, J. B. Bestimmung von Ferrichrom 76.

Neish, A. C., siehe Lambert, B. M.

Nelson, N. Mikrobestimmung reduzierender Zucker 48.

Nelson, W. L., siehe Strength, D. R.

Neubauer, H., und Lücker, F. Bestimmung von Phosphorsäure nach Lorenz 407.

Neuhoff, E. W., und Auterhoff, H. Analytik von Rhabarberdrogen 447.

Neustadt, M. H., siehe Hunt, W. H.

MacNevin, W. M., und Urone, P. F. Polarographische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd neben organischen Oxyden 357.

Newburger, S. H., siehe Clements, J. E.

Newman, L., siehe Hiskey, C. F.

Nichols, M. L., und Condo jr., A. C. Bleichwirkung von Fluorid-Ionen auf Eisen(III)-komplexe 392.

Nicolas, H. A. Bestimmung von Blei in Stählen 148.

Nielsch, W. Zur photometrischen Tellurbestimmung mit Thioharnstoff 191 [Or].

Nielsch, W., und Böltz, G. Versuche zur filterphotometrischen Eisenbestimmung mit Nitrilotriessigsäure 401 [Or]. — Photometrische Bestimmung von Tellur in Kupfer-Tellurlegierungen 212.

van Nieuwenburg, C. J. Sauerstoffbestimmung in Metalloxyden 333.

Nigam, V. N., siehe Giri, K. V.

Nilsson, G. Cyclohexanoxalyldihydrazon-Kupferkomplexverbindung 130.

Noble, L. A., siehe Mortimore, D. M.

Noordhof, G. H., siehe Mayne, J. E. O.

Norton, P. L. Bestimmung von C in Siliciumcarbid 223.

Norwitz, G. Elektrolytische Methoden 35. — Siehe auch Codell, M.

Norwitz, G., und Codell, M. Colorimetrische Chrombestimmung in Titanlegierungen 56. — Gravimetrische Bestimmung von Molybdän in Mo-Ti-Legierungen 57.

Norwitz, G., Codell, M., und Verderame, F. D. Colorimetrische Bestimmung von Niob in Titanlegierungen 55.

Noto la Diega, G. Bestimmung reduzierender Polymerer bei der Hydrolyse der Cellulose 303.

MacNulty, B. J., und Hunter, G. J. Reaktion von Fluor-Ionen mit Aluminium-Hämatoxylinreagens 389.

MacNulty, B. J., Reynolds, G. F., und Terry, E. A. Polarographische Bestimmung von Fluorid in Wasser 387. — Siehe auch Beveridge, J. S., sowie Hunter, G. J.

Nussbaumer, T., siehe Ritter, W.

Nutten, A. J., siehe Belcher, R.

Oelschläger, W. Die Funktion der Silber-Ionen bei der Oxydation von Chrom(III) zu Chrom(VI) bzw. Mangan(II) zu Mangan(VII) in saurer Lösung mittels Ammoniumpersulfat 27 [Or].

Oesper, R. E., und Fulmer, R. E. 2-Fluorenylnitrosohydroxylamin als neues Eisenreagens 395.

Oesper, R. E., und Klingenberg, J. J. Fällung von Zirkon 364.

Ogg, C. L., siehe Willits, C. O.

Ogrin, B. Ja., und Braun, A. A. Polarographie in 75%igem Alkohol 317.

Ohkuma, S. Farbreaktion auf Thioharnstoff und Thiosemicarbazide 438.

Ohle, H., siehe Mahr, C.

Ohlweiler, O. A. Indirekte polarographische Sulfatbestimmung 380.

Ohme, W. Bestimmung von flüssigen Kohlenwasserstoffen in Kokereigasen 236.

Ojvin, V. I. Elektrophoretische Bestimmung des Albumins und der Globuline im Blutserum 78.

Okui, S., siehe Akiya, Sh.

Olson, B., siehe Gloss, G. H.

Onishi, H., und Sandell, E. B. Colorimetrische Bestimmung von As in Silicaten 229.

van Os, F. H. S. Colorimetrische Bestimmung von Tropasäureestern 320.

Oseid, B. J., siehe Bloch, H. S.

Ostertag, H., und Rinck, E. Colorimetrische Bestimmung von Calcium neben Magnesium 132.

Ott, H. Bestimmung tertiärer Alkohole 45.

Otterbein, H., siehe Mahr, C.

Otto, K., siehe Dirscherl, W.

Ovenston, T. C. J., und Watson, J. H. E. Bestimmung von Sauerstoff in Wässern 207.

Overton, K. C., siehe Lewis, J. A.

Ožigov, E. P. Qualitative Bestimmung von Wismut nach der Verreibemethode 39.

Pack, F. C., Planck, R. W., und Dollear, F. G. Hydrierung von ungesättigten Fettsäuren 300. — Siehe auch O'Connor, R.T., sowie Planck, R. W.

Padro jr., C. E., siehe Meeks, J. W.

Page, S. H. T., siehe Snowden, F. C.

Palilla, F. C., Adler, N., und Hiskey, C. F. Spektrophotometrische Bestimmung von Niob und Tantal nebeneinander 372.

Palmer jr., L., siehe Mellette, S. J.

Pankratz, R. E., siehe Bandelin, F. J.

Pannell, J. H., siehe Gaudin, A. M.

Papucci, R. A., Fleishman, D. M., und Klingenberg, J. J. Bestimmung von Zr in Al-Legierungen 155. — Siehe auch Klingenberg, J. J.

Pardun, H. Bestimmung von Olefin und Cycloolefin in Extraktionsbenzinen 310. — Siehe auch Becker, E.

Pariaud, J.-Ch., und Perruche, C. Polarographische Bestimmung von Monochlorcyclopentanon und Monochlorcyclohexanon 439.

Parks, T. D., siehe Remmert, L. F.

Parsons, L., siehe Rowley, R. J.

Pascual, J. N., Shipman, W. H., und Simon, W. Photometrische Kobaltbestimmung neben Eisen 152.

Pascucci, E., siehe Barile, G.

Passalacqua, W., siehe Passaro, G.

Passaro, G., und Passalacqua, W. Kaliumbestimmung in biologischem Material 448.

Patel, K. P., siehe Higuchi, T.

Patrovský, V. Photometrische Bestimmung des Vanadins 140. — Nachweis von Gallium mit Salicyliden-o-aminophenol 358.

Patterson, W. A. Ultrarotspektra von Epoxyverbindungen 433.

Paul, S. D., siehe Verman, M. R.

Paulik, F., siehe Erdey, L.

Péchard, E. Trennung von Molybdän und Wolfram durch Sublimation 412.

Pederson, C. S., siehe Rice, A. C.

Sanz-Pedrero, P., siehe Portillo, R.

Pelikan, K. A., und von Mikusch, J. D. Reinigung von langkettigen Säuren über die Magnesiumseifen 300.

Pepkowitz, L. P., und Judd, W. C. Bestimmung von Natriummonoxyd in Natrium 210.

Pepkowitz, L. P., Judd, W. C., und Downer, R. J. Bestimmung von Natriummonoxyd in Natrium 210.

Pepper jr., M. B., und Freeman, A. F. Bestimmung von Feuchtigkeit in Erdnußbutter 287.

Perez, P. Bestimmung von Natrium im Serum 449. — Siehe auch Burriel-Martí, F.

Perkins, M., und Reynolds, G. F. Polarographische Bestimmung von Eisen und Chrom nebeneinander 396.

Perret, F., siehe Gautier, J.-A. Mises au point de Chimie Analytique 279 [L].

Perruche, C., siehe Pariaud, J.-Ch.

Peškova, V. M., Gončarova, G. A., Gribova, E. A., und Puzdrenkova, I. V. Gewichtsanalytische und colorimetrische Bestimmung von Nickel 144.

Peterson, R. E. Spektrophotometrische Bestimmung von Serumeisen 459.

Peynaud, E., und Charpentié, Y. Glycerinbestimmung in Mosten und Likören 283.

Pezold, F. A., und Kofes, A. Transparenzphotometer in der Elektrophorese 123.

von Pezold, H., siehe Becker, E.

Pfeil, E., und Kanngiesser, W. Verwendung dünner Pappe bei der Papierelektrophorese 122.

MacPhee, R. D. Bestimmung olefinischer Kohlenwasserstoffe in Luft 50.

Phennah, P. J., siehe Milner, G. W. C.

v. Philipsborn, H. Tafeln zum Bestimmen der Minerale nach äußeren Kennzeichen mit drei Hilfstafeln 31 [L].

Pien, J., Desirant, J., und Lafontaine, D. Nachweis von Wasserstoffperoxyd in Milch 291.

San Pietro, A., siehe Burton, R. M.

Pietsch, R. Ein Beitrag zur Bestimmung des Arsens in organischen Verbindungen 353 [Or]. — Siehe auch Musil, A.

Pignard, P., siehe Gautier, J.-A.

Pilz, W., siehe Tettweiler, K.

Pitzer, K. S. Quantum Chemistry 32 [L].

Planck, R. W., Pack, F. C., und Goldblatt, L. A. Bromierung von ungesättigten Fettsäuren 300.

Planck, R. W., Pack, F. C., Heinzelman, D. C., Stansbury, M. F., und O'Connor, R. T. Bestimmung der Fettsäurezusammensetzung in partiell hydriertem Holzöl 299. — Siehe auch O'Connor, R. T., sowie Pack, F. C.

Plöttner, K., siehe Heilmeyer, L.

Plotnikow, W. A., und Kudra, O. K. Reduktion von Zinkoxyd mit Wasserstoff in Gegenwart von Kupfer 332.

Pobeguin, T. Bestimmung von Calciumcarbonat in biologischem Material 451.

Pohle, W. D., und Tierney, S. E. Bestimmung von Trimethylenglykol in Glycerin 296.

Poljakov, N. N. Bestimmung von Kupferacetylenid neben anderen Verbindungen 61.

Pomatti, R. C., siehe Gent, L. L., sowie Meeker, R. F.

Pomeroy, R. Bestimmung von Sulfidschwefel in Wasser 204.

Pontet, M., und Boulin, R. Bestimmung von Schwefel in Eisen durch Verbrennen 219.

Popov, A. I., und Knudson, G. E. Gravimetrische Bestimmung von Fluor als Lanthanfluorid 385.

Portillo, R., und Sanz-Pedrero, P. Polarographische Bestimmung von Blei in biologischem Material 455.

Potterat, M., und Mottier, M. Chromatographische Trennung von Lebensmittelfarbstoffen 282.

Powell, A. R., und Schoeller, W. R. Trennung von Niob und Tantal 376.

Powell, W. A., und Saylor, J. H. Fluorimetrische Bestimmung von Fluorid 390.

Prescott, B. A., und Waelsch, H. Bestimmung von Glutaminsäure im Blut 78.

Press, R. E., und Murray, K. A. Bestimmung von Kalium mit Diliursäure 127.

Presting, W., und Boenke, R. Bestimmung von Paraffinen in pharmazeutischen Vaselinen 441.

Přibil, R., Jeník, J., und Kobrová, M. Kobaltbestimmung als Diäthyldithiocarbaminat 220.

Přibil, R., Kobrová, M., und Jeník, J. Colorimetrische Bestimmung von Kobalt in metallischem Nickel 220.

Přibil, R., und Malát, M. Bestimmung von Molybdän mit 8-Oxychinolin 42.

Přibil, R., und Michal, J. Nachweis von Vanadium mit Quercetin 140.

Price, M. J., und Walker, O. J. Fluoridbestimmung 389.

Prieto Bouza, A., siehe Bermejo-Martínez, F.

Primavesi, G. R., siehe Maltby, J. G.

Prince, R. H. Apparatur für Titrationen in kontrollierter Atmosphäre 33.

Privitzer, K., siehe Josepovits, Gy.

Proctor, J. S., siehe Brown, F. E.

Prodinger, W., siehe Svoboda, O.

Proskauer, E. S., siehe Mitchell jr., J.

Protiva, K. Photometrische Bestimmung des Molybdäns in Stahl 151. — Polarographische Bestimmung von Nickel und Kobalt in Stahl und Spezialegierungen 152.

Przybylowicz, E. P., siehe Rulfs, Ch. L.

Pungor, E., siehe Schulek, E.

Purr, A. Beurteilung des Frischezustandes bei Fetten und Ölen 289.

Purves, C. B., siehe Gladding, E.

Putsché, H. M., und Malooly, W. F. Kobaltbestimmung 61.

Puzdrenkova, I. V., siehe Peškova, V. M.

Raben, E. Bestimmung des organischen Kohlenstoffs in Meerwasser 209.

Racker, E. Bestimmung von Diphosphopyridinnucleotid 463.

Radford, A. J. Kokatnur-Jelling-Methode zur Bestimmung von Benzoylperoxyd 435.

Raghava Rao, Bh. S. V., siehe Venkataramaniah, M.

Ramachandran, K. S., siehe Ghosh, S. N.

Ramírez-Muñoz, J., siehe Burriel-Martí, F.

Raoul, Y., siehe Gautier, J.-A. Mises au point de Chimie Analytique 279 [L].

Rathgeber, P., siehe Zahn, H.

Raudonat, H.-W., siehe Bräuniger, H.

Rauterberg, E., und Kremkus, F. Kohlenstoffbestimmung im Boden 232.

Rây, H. N. Molybdänsulfidfällung bei Bestimmungen in Stahl und Ferromolybdän 151.

Raymond, W. H. A., siehe Harrison, G. E.

Reed, S. A., Funston, E. S., und Bridges, W. L. Analyse von Beryliumcarbid 221.

Reilley, C. N., Adams, R. N., und Furman, N. H. Netzgerät als invariante Stromquelle 199. — Siehe auch Adams, R. N.

Remmert, L. F., Parks, T. D., Lawrence, A. M., und McBurney, E. H. Bestimmung von Fluor in Pflanzen 307. — Fluorbestimmung in kieselsäurehaltigem Pflanzenmaterial 394.

Remy, H. Repetitorium der Chemie, Teil 1: Allgemeine Chemie 32 [L].

Renault, J., siehe Gautier, J.-A. Mises au point de Chimie Analytique 279 [L].

Reppel, L., siehe v. Gizycki, F.

Reuther, F. W., siehe Thies, H.

Revinson, D., und Harley, J. H. Spektrophotometrische Bestimmung von Fluorid durch Farbschwächung des Thorium-Chromazurol-S-Komplexes 392.

Reynolds, G. F., und Davis, H. M. Kathodenstrahlpolarograph 154, 397.

Reynolds, G. F., und Shalgosky, H. I. Polarographische Bestimmung des Unlöslichen in Ca-Metall 155.

Reynolds, G. F., Shalgosky, H. I., und Webber, T. J. Polarographische Bestimmung metallischer Verunreinigungen in Calciummetall 154. — Siehe auch Beveridge, J. S., sowie MacNulty, B. J., und Perkins, M.

Rheinboldt, H., und Tappermann, F. Herstellung von S-Nitroso-thionalid 187.

Ricca, F., siehe Milone, M.

Ricciuti, C., siehe Willits, C. O.

Rice, A. C., und Pederson, C. S. Chromatographischer Nachweis und Bestimmung organischer Säuren in Tomatensaft 296.

Rice, E. W. Photometrische Bestimmung von Mikrogrammengen Palladium 43.

Richardson, F. D., siehe Fincham, C. J. B.

Richter, F. Bestimmung von Aluminium 241.

Riebéreau-Gayon, P. Papierchromatographische Schätzung des Äpfelsäuregehaltes von Wein 284.

Riemenschneider, R. W., siehe Willits, C. O.

Riethmüller, H.-U., und Bretschneider, A. Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium in Serum und Urin 451.

Riley, J. P. Colorimetrische Bestimmung von Ammoniak in Seewasser 203.

Rinck, E., siehe Ostertag, H.

Ringbom, A. Photometrische Trübungstitration 123, 381.

Ringler, I., siehe Strength, D. R.

Rio, A., und Todaro, M. Komplexometrische Bestimmung von Ca neben Sr 132.

Ripley-Duggan, B. A. Bestimmung von Bor in Holz 238.

Ritter, W., und Nussbaumer, T. Bestimmung der Oxydationsbereitschaft in Ölen 289.

Roberts, F. M., siehe Uhrig, K.

Robinson, J. W., siehe Belcher, R., sowie Hourigan, H. F.

Robinson, R. J., siehe Caulfied, P. H., sowie Chow, D. T.-W., und Johnson, M. G.

Rodgers, J. F., und Harter, G. J. Bestimmung von Stickstoff in Zirkonium 158.

Rodriguez, A., und Sancho, J. Einfache Anordnung für die oscillographische Polarographie 198.

Roe, H. R., siehe Hammer, C. F.

Roehrs, W., siehe Eschweiler, W.

Rogers, L. B., siehe Lord jr., S. S.

Rogers, L. N., siehe Smith, E. D.

Rohof, A. M., siehe Stas, M. E.

Rojahn, C. A. Bestimmung von Trimethylenglykol 296.

Rose, D. Bestimmung der Eiweißzerstörung in Gefriermilch 293.

Rose, J. E., siehe Fisher, E.

Rosenheim, A., und Meyer, V. J. Zusammensetzung des Bleithiocarbamidnitratniederschlages 28.

Rosenmund, K. W., und Grandjean, H. H. Jodzahlbestimmung in ätherischen Ölen 315.

Rosenmund, K. W., und Kuhnhenn, W. Jodzahlbestimmung 315.

Rosenmund, K. W., und Vogt, H. Grundzüge der pharmazeutischen und medizinischen Chemie. Teil II. Organische Chemie 313 [L].

Ross, W. J., siehe White, J. C.

Rothe, H. Bestimmung der Peroxydzahl 289.

Rowan jr., R., siehe White, J. C.

Rowland, W. J., siehe Gardner, K.

Rowley, R. J., Grier, J. G., und Parsons, L. Bestimmung von Fluor in Pflanzenmaterial 394.

Royer, G. L. Elektrolytische Abscheidung von Indium 9.

Rozengart, M. I., siehe Kazanskij, B. A.

Rózsa, P. Colorimetrische Bestimmung von Tropasäureestern 320.

de la Rubia-Pacheco, J., siehe de Bosch-Ariño, F. A.

de la Rubis siehe Blasco.

Rudrakanchana, S., siehe Egerton, A. C.

Rüdorff, W., und Zannier, H. Aluminiumchlorid bei der Fällung von Tetraphenyloborat 416.

Rulfs, Ch. L., Przybylowicz, E. P., und Skinner, C. E. Bestimmung von Cadmium als Reineckat des Cadmiumthioharnstoffkations 138.

Russell, J. A. Colorimetrische Bestimmung von Ammoniak in Seewasser 203.

Rutkowski, R. Bestimmung von Salicylsäure, Salicylamid und Gentisinsäure in pharmazeutischen Präparaten 446.

Ryba, O., siehe Malát, M.

Rynasiewicz, J. Colorimetrische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd neben Chromat 357.

Sackur, O., siehe Kahane, E.

Sadek, F. S., siehe Spitzy, H.

Saingt, O., und Jacquet, J. Bestimmung der Phosphataseaktivität von Milch 293.

De Saint-Chamant, H., und Vigier, R. Phosphorsäurebestimmung 408.

Saint James-Schonberg, R., siehe Huré, J.

Sakaguchi, T., und Yasuda, H. Herstellung von Chromatogrammen 120.

Sallavo, K. R. Kupferbestimmung in Getränken und Leitungswasser 285.

Salley, D. J., siehe Barnes, R. B.

Salooja, K. C., siehe Bruschweiler, H., sowie Egerton, A. C.

Salova, A. S., siehe Kaverzneva, E. D.

Samson, S., und Ijlstra, S. Bestimmung von Mg in Pflanzen 306.

Samuelson, O., und Schramm, K. Bestimmung der Alkalimetalle neben anderen Metallen durch Ionenaustausch 323.

Samuelson, O., und Sjöström, E. Trennung der Alkalimetalle von Ca und Mg durch Ionenaustausch 323.

Samuelson, O., Sjöström, E., und Forsblom, S. Über die Verwendung von Ionenaustauschern in der analytischen Chemie XXVIII. Bestimmung der Alkalimetalle neben Magnesium, Calcium und anderen Metallen 323 [Or].

Samuelsson, G. Photometrische Bestimmung von Cholin und Cholinderivaten 444.

Sancho, J., siehe Rodriguez, A.

Sandell, E. B. Abtrennung von Indium von den Metallen der zweiten Gruppe 9. — Colorimetrische Bestimmung von Aluminium 146. — Bestimmung von Al in Stählen 147. — Siehe auch Onishi, H., sowie Schneider jr., W. A.

Sanger, F. Bestimmung von Aminogruppen durch Umsetzung mit 2,4-Dinitrofluorbenzol 236.

Sankin, A., siehe Martin, C. C.

Šantavý, F., siehe Tělupilová-Krestýnová, O.

Sanz-Pedrero, P., siehe Portillo R.

Sarfert, G., siehe Jentzsch, D.

Sargent, J. W., Clifford, A. F., und Lemmon, W. R. Polarographie an der rotierenden Platinelektrode 194.

Sarudi, I. Arsenbestimmung 353.

Saylor, J. H., siehe Powell, W. A.

Scanlan, J. T., siehe Luddy, F. E.

Schaffert, R. R., siehe Kingsley, G. R.

Scheel, K. C. Radiologische Kaliumbestimmung 81.

Scheibe, E. Papierchromatographische Trennung von Anaesthesin, Orthoform, Novocain und Pantocain 442.

Schejtanov, C., siehe Trifonov, A.

Schleicher, A. Katalyse und Induktion bei Redoxtitrationen. VI. Katalyse bei Redoxtitrationen 100 [Or].

Schlenk jr., W. Harnstoffeinschlußverbindungen 68.

Schlögl, K., siehe Siegel, A.

Schmauch, L. J., und Grubb, H. M. Bestimmung von Phenol in Abwässern 209.

Schneider jr., W. A., und Sandell, E. B. Spurenbestimmung von Germanium in Silicaten mit Phenylfluoron 362.

Schoeller, W. R. Bestimmung von Niob und Tantal in Wolfram 373. — Siehe auch Powell, A. R.

Schöniger, W., und Lieb, H. Mikrobestimmung der Carbonylgruppe 47.

Schöniger, W., Lieb, H., und Gassner, K. Mikrobestimmung der Carbonylgruppen mit nitrosubstituierten Phenylhydrazinen 47.

Schramm, K., siehe Samuelson, O.

Schreyer, J. M., und Baes jr., C. F. Bestimmung von Uran mit Dichromatlösung 383.

Schudel, G., siehe Willstätter, R.

Schürch, A. F., Barboriak, J., und Findrik, M. Bestimmung von Chromoxyd als Chromat 457.

Schuetz, R. D., siehe Houf, W. H.

Schütze, M. Sauerstoffbestimmung 237.

Schulek, E., Pungor, E., und Guba, F. Elektronenmikroskopische Untersuchung von Bariumsulfatniederschlägen 134.

Schulte-Schrepping, K. H., siehe Hartmann, H.

Schumb, W. C., siehe Benedict, J. T.

Schuster, M., siehe Seiler, H.

Schute, J. B. Ionenaustausch in der Papierchromatographie 122.

Schweitzer, D., siehe Baltes, J.

Schwerdtfeger, G., siehe Jentzsch, D.

Šedivec, V., und Vašák, V. Bestimmung von Kupfer als Diäthyldithiocarbaminat 220.

Seiler, H., Schuster, M., und Erlenmeyer, H. Papierchromatographische Bestimmung von Uran 384.

Seniga, G., siehe Bonauguri, E.

Sergeeva, Z. I., siehe Joffe, B. V.

de Sesa, M. A., Hume, D. N., Glamm jr., A. C., und de Ford, D. D. Halbstufenpotentiale metallischer Kationen in verschiedenen Acetatpufferlösungen 200.

Shaffer, P. A., und Somogyi, M. Kupfermethode zur Bestimmung reduzierender Polymerer 303.

Shain, I., und Critenden, A. L. Abhängigkeit der Diffusionsstromstärke von der Geschwindigkeit der Spannungsänderung in der Polarographie 198. — Siehe auch Frisque, A.

Shalgosky, H. I., siehe Reynolds, G. F.

Shapiro, R., siehe Meloche, V. W.

Shaw, E., und Dean, L. A. Zinkbestimmung in Böden 311.

Sheft, I., Hyman, H. H., und Katz, J. J. Maßanalytische Bestimmung von elementarem Fluor 384.

Shell, H. R., und Craig, R. L. Silicium- und Fluorbestimmung in Fluorsilicaten 395.

Sheskolskaja, Ja., siehe Alimarin, I. P.

Shinn, M. G. Nitritbestimmung in Wasser 206.

Shipman, W. H., siehe Pascual, J. N.

Sidelkovskaja, F. P., siehe Šostakovskij, M. F.

Siefken, W., siehe Lecher, H.

Siegel, A., und Schlögl, K. Papierchromatographische Trennung von einwertigen Alkoholen 44.

Siggia, S., und Edsberg, R. L. Bromometrische Bestimmung von organischen Sulfiden 435.

Sijderius, R. Direkte komplexometrische Bestimmung von Barium 134. — Colorimetrische Bestimmung von Nitrit in Wasser 206.

Silverman, L., und Trego, K. Bestimmung von K, Ca und Mg in Na und Na-Verbindungen 211.

Simmons, O. W., siehe Codell, M.

Simó, B., siehe Fleps, V.

Simon, W., siehe Pascual, J. N.

Simon-Dorlet, C. Quantitative Bestimmung quaternärer Ammoniumbasen 48.

Simons, H. Herstellung von wasserfreiem Fluorwasserstoff 194.

Simonsen, S. H., und Christopher, Ph. Fällung von Zink mit Salicylaldoxim 137.

Singer, L., und Armstrong, W. D. Trennung des Fluors von störenden Stoffen 394.

Singh, A., siehe Singh, B.

Singh, B., und Singh, A. Kaliummetaperjodat in der Maßanalyse 34.

Sjöström, E., siehe Samuelson, O.

Skinner, C. E., siehe Rulfs, Ch. L.

Škoda, J., siehe Diviš, L.

Skoog, D. A., und Focht, R. L. Bestimmung des Bleigehaltes von Bleiseifen 302.

Skrube, H., siehe Spitzy, H.

Smales, A. A., siehe Milner, G. W. C.

Smith, D. B., und Spitzer, E. J. Spektrographische Bestimmung von Hafnium in Zirkonium 366.

Smith, D. M., siehe Mitchell, J.

Smith, E. D., und Rogers, L. N. Bestimmung von Pentosanen in hochgereinigten Holzzellstoffen 305.

Smith, G. F., und McCurdy jr., W. H. Kupferbestimmung 60. — Neocuproin 285. — Siehe auch Wilkins, D. H., sowie Willard, H. H.

Smith, H. J., siehe Blumenthal, W. B.

Smith, I., siehe Jepson, J. B.

Smith, J. B., Gilbert, E. K., und Howie, M. P. Bestimmung von wenig Kohlensäure in Wasser 202.

Smith, J. D., siehe Markham, R.

Snowden, F. C., und Page, S. H. T. Kathodenstrahlpolarograph 198.

Snyder, H. R., und Freier, H. E. Phenanthrolinkomplexe von Eisen-(II)-salzen 399.

Sobel, H. Wasserbestimmung in biologischem Material 448.

Soloveva, T. V. Bestimmung von Diäthyl-p-phenylendiamin und seines Sulfates in Luft 51.

Sommer, E. Bestimmung von Schwefelsäure und Essigsäure durch Leitfähigkeitsmessung 382.

Sommer, G., siehe Thaler, H.

Sommer, H. Bestimmung von Schwefel in Benzin 311.

Sommereyns, Gh., siehe Lacourt, A.

Somogyi, M., siehe Shaffer, P. A.

Šostakovskij, M. F., und Sidelkovskaja, F. P. Analysen halogenisierter Äther 432.

Souček, B., siehe Zuman, P.

Souci, S. W. Untersuchung von Badetorf 311.

de Sousa, A. Bestimmung von Wolfram in Mineralien 231. — Mikrochemischer Nachweis von Uran 383.

Specker, H., und Hartkamp, H. Verteilungskoeffizient von Eisen(III)-thiocyanatkomplexen zwischen verschiedenen Lösungsmitteln 25.

Specker, H., und Köhle, K. Eine Methode zur Bestimmung kleiner Mengen Tetrahydrofuran in wäßrigen Lösungen 272 [Or].

Specker, H., und Kuchtner, M. Trennung des Eisens von Cer durch Verteilen zwischen zwei Lösungsmitteln 25 [Or].

Spengler, W. Fehlerquellen bei der Phosphorsäurebestimmung nach Lorenz 407.

Spitzer, E. J., siehe Smith, D. B.

Spitzin, V. Trennung von Molybdän und Wolfram durch Sublimation 413.

Spitzy, H., Skrube, H., und Sadek, F. S. Bestimmung von Jod neben Jodid in Jodquellwässern 208.

Spratt, D. A., siehe Kitchener, J. A.

Springer, U., und Klee, J. Vergleich verschiedener Verfahren zur Bestimmung von C im Boden 233.

Stacy, B. D. Colorimetrische Bestimmung von Al 138.

Stanfield, K. E. Bestimmung des Ölgehaltes von Ölschiefer 61.

Stansbury, M. F., siehe Planck, R. W.

Stas, M. E., und Rohof, A. M. Fettbestimmung in lecithinhaltigen Erzeugnissen 294.

Steigman, J., siehe Atkinson, R. H.

Stein, A. M., siehe Barile, G.

Stephen, W. J., siehe Belcher, R.

Sterligov, O. D., siehe Kazanskij, B. A.

Stevenson, P. C., und Hicks, H. G. Ausschüttelung von Niob und Tantal als Fluorokomplex 373.

Stickler, W. C. Bromatometrische Arsenbestimmung 353.

Still, J. E., Dauncey, L. A., und Chirnside, R. C. Kohlenstoffbestimmung in Metallen 158.

Stoljarova, I. A. Colorimetrische Bestimmung von Wismut neben viel Blei 40.

Stoll, S., siehe Gautier, J.-A. Mises au point de Chimie Analytique 279 [L].

Stone, I., Ettinger, R., und Gantz, C. Colorimetrische Bestimmung von Kupferspuren in Bier 286.

Straub, J., siehe Almássy, Gy.

Streng, A. G., siehe Kirshenbaum, A. D.

Strength, D. R., Ringler, I., und Nelson, W. L. Vergleich von Bestimmungsmethoden von Diphosphopyridinnucleotid 463.

Streuli, C. A., und Cooke, W. D. Ersatz der Quecksilbertropfelektrode durch eine ruhende Quecksilberelektrode 195.

Stringer, W. J., siehe Tullo, J. W.

Ströhl, G., siehe Hartmann, H.

Ströle, U. Verwendung von Carboxylpapier in der Papierchromatographie 256 [Or].

Stross, M. Bestimmung von Blei in Aluminiumlegierungen 219.

von Sturm, F., siehe Hans, W.

Suárez-Acosta, R. Potentiometrische Molybdänbestimmung in Stahl 150.

Sugawara, K., Tanaka, M., und Naitô, H. Colorimetrische Bestimmung von Vanadin in Wasser 203.

Suk, V., siehe Malát, M.

Sully, B. D. Jodometrische Bestimmung organischer Peroxyde 433.

Sumner, J. B., und Krishnan, P. S. Bestimmung von Diphosphopyridinnucleotid 463.

Suseela, B. Die Bestimmung von Vanadium mit Hilfe von seleniger Säure 329 [Or].

Švejcpacherová, T., siehe Kürschner, K.

Svoboda, O., und Prodinger, W. Photometrische Bestimmung mit Indo-oxin 136.

Swamy, L. K., siehe Deshmukh, G. S.

Swan, J. D. Bestimmung von Epoxyverbindungen mit Natriumsulfit 433.

Sweetser, Ph. B., und Bricker, C. E. Komplexometrische Bestimmung von Zirkon 427.

Swern, D., siehe Willits, C. O.

Swift, E. H., siehe Hammock, E. W.

Sykes, A., siehe Belcher, R.

Sykut, K. Coulometrische Bestimmung von Sulfanilsäure, Sulfanilamid, Sulfanilguanidin und Sulfathiazol 440.

Symon, T., siehe Thompson, R. B.

Szabó, G., und Bartha, L. Bestimmung von Nitrit und Nitrat 307.

Täufel, K. Bestimmung der Peroxydzahl 289.

Talbot, J., siehe Moreau, L.

Tammelin, L.-E., und Mogensen, S. Colorimetrische Mikrobestimmung von Calcium neben Magnesium 132.

Tanaka, M., siehe Sugawara, K.

Tanaka, N., siehe Kolthoff, I. M.

Tappermann, F., siehe Rheinboldt, H.

Tarasova, G. A., siehe Kazanskij, B. A.

Tatlow, J. C., siehe Belcher, R.

Tchen, P. K., siehe Lederer, E.

Teeri, A. E. Colorimetrische Ca-Bestimmung im Blut und Blutserum 452.

Tělupilová-Krestýnová, O., und Šantavý, F. Polarographische Bestimmung von Chlorid in biologischen Flüssigkeiten 458.

Teodorovič, I. L. Bestimmung des Indicatorfehlers 126.

Teodorovič, I. L., und Leušina, I. K. Potentiometrische Bestimmung von Kupfer mit Kaliumcyanoferrat-(II) 129.

Terlet, H., und Briau, A. Phosphorsäurebestimmung 411.

Terry, E. A., siehe Beveridge, J. S., sowie Hunter, G. J., und MacNulty, B. J.

Tettweiler, K., und Pilz, W. Komplexometrische Bestimmung von Barium und Sulfat 380.

Teuber, H. J., siehe Ender, F.

Tevebaugh, R. D., siehe Warf, J. C.

Thaler, H., und Mühlberger, F. H. Die Bestimmung des Aluminiums in Lebensmitteln und biologischem Material 241 [Or].

Thaler, H., und Sommer, G. Papierchromatographische Trennung von Teerfarbstoffen in Lebensmitteln 279.

Theis, M. Die direkte maßanalytische Bestimmung des Aluminiums mit Äthylendiamintetraessigsäure (Komplexon III) 106 [Or]. — Ein neuer empfindlicher Nachweis des Berylliums 192 [Or]. — Die komplexometrische Bestimmung des Kupfers in saurer und ammoniakalischer Lösung unter Verwendung von Chromazurol S als Indicator 275 [Or]. — Siehe auch Gagliardi, E., sowie Musil, A.

Thies, H., und Reuther, F. W. Nachweis von Alkaloiden auf Papierchromatogrammen 318.

Thomas, H., siehe Gardner, K.

Thompson, J. M. Titanbestimmung in Titanmetall 55.

Thompson, R. B., Symon, T., und Wankat, C. Colorimetrische Bestimmung des Pyrrolstickstoffs 65.

Tierney, S. E., siehe Pohle, W. D.

Timmermans, J. Les constantes physiques des composés organiques cristallisés 432 [L].

Tinker, R. B., und McBay, A. J. Spektralphotometrische Bestimmung von Acetylsalicylsäure und Salicylsäure 445.

Tisdall, F. F., siehe Kramer, B.

Tiselius, A. Papierelektrophoretische Methode 442.

Todaro, M., siehe Rio, A.

Toennies, G., und Bakay, B. Nephelometrische Bestimmung von Schwefel als Sulfat in organischen Substanzen 382.

Tomimatsu, Y., siehe Launer, H. F.

Toribara, T. Y., siehe Chen jr., P. S.

le Tourneau, R. L., siehe Criddle, D. W., sowie Ellis, W. H.

Tourneux, C., und Devin, C. Phosphorsäurebestimmung 408.

Toverud, S. U., siehe Kenny, A. D.

Treadwell, W. D., Guyer, H., Hauser, R., und Bischofberger, G. Bestimmungs- und Trennungsmethoden von Niob und Tantal 375.

Trego, K., siehe Silverman, L.

Treiber, E., und Koren, H. Mikrobestimmung von Schwefelkohlenstoff in Luft 51.

Treiber, E., Koren, H., und Gierlinger, W. Colorimetrische Bestimmung von Sulfid-Ion 378.

Treseder, R. S., siehe Brooks, F. R.

Trifonov, A., und Schejtanov, C. Amperometrische Titration von Aluminium 138.

Trinder, N., Handley, F. W., und Drummond, E. M. p_H-Bestimmung im Boden mit der Glaselektrode 232.

Truman, R. J., siehe Bagshawe, B.

Truog, E., und Meyer, A. H. Phosphorsäurebestimmung 234.

Tryon, M. Wasserbestimmung durch Destillation mit Toluol 287.

Tuller, W. N. The Sulphur Data Book 116 [L].

Tullo, J. W., Stringer, W. J., und Harrison, G. A. F. Aluminiumbestimmung in Bier 250.

Turner jr., A., siehe Luddy, F. E.

Tyner, E. H. Colorimetrische Calciumbestimmung 452.

Uhlig, L. J., und Freiser, H. Mercaptopropionsäure als Nickelreagens 143.

Uhrig, K., Roberts, F. M., und Levin, H. Bestimmung von Gasen in Sauerstoff und verschiedenen Flüssigkeiten 236.

Unterzaucher, J. Sauerstoffbestimmung 237.

Urbain, M. Bestimmung von Aluminium und Aluminiumnitrid in kohlenstoffhaltigen Stählen 146, 147.

Urone, P. F., siehe MacNevin, W. M.

de Vadder, P. Bestimmung des oxydisch gebundenen Antimons in Mineralien 229.

Vaeck, S. V. Papierchromatographische Bestimmung von Nickel 143.

Valenta, P., und Zuman, P. Polarographische Reduktionsstufen des vierwertigen Germaniums 360.

Vance, J. E., siehe Lucchesi, P. J.

Vanecko, S., siehe Varner, J. E.

Varner, J. E., Bulen, W. A., Vanecko, S., und Burrell, R. C. Stickstoffbestimmung in Pflanzenextrakten 306.

Vašák, V., siehe Šedivec, V.

Večeřa, M., siehe Jureček, M.

Veibel, S. The Identification of Organic Compounds 431 [L].

Veldhuis, A. H. Chemische Bestimmung der Oestrogene im Plasma 459.

Venkataramaniah, M., und Raghava Rao, Bh. S. V. Benzilsäure als Fällungsreagens für Zirkon 364.

Venkateswara Rao, R., siehe Ghosh, S. N.

Ventura, S., und White, J. C. Gleichzeitige Bestimmung von Eisen und Kupfer im Serum 458.

Venturello, G., und Ghe, A. M. Papierchromatographische Trennung verschiedener Dithizonate 121.

Verderame, F. D., siehe Norwitz, G.

Verman, M. R., und Paul, S. D. Volumetrische Zirkonbestimmung 364.

Vieböck, F., und Brecher, C. Bestimmung von Alkoxylgruppen in Celluloseäthern 304.

Viel, E., siehe Caille, E.

Vietti, M., siehe Castiglioni, A.

Vigier, R., siehe de Saint-Chamant, H.

Vilborg, S. S., siehe Kreškov, A. P.

Villiger, V., siehe Baeyer, A.

Vioque-Pizarro, A., und Malissa, H. Mikronachweis von Molybdän im Stahl 150.

Vivarelli, S., siehe Cozzi, D.

Vlannes, P. N., siehe Klingenberg, J. J.

Vogel, A. I. Reaktion von Seleniten mit Zirkonium 329.

Vogt, H. Reineckatmethode 441. — Siehe auch Rosenmund, K. W.

Vogt, W. Durchlaufgeschwindigkeit durch eine Trennsäule 343.

Vollmert, F., und König, A. Photometrische Bestimmung von Mo im Stahl 151.

van Voorst, F. T. Analyse zuckerhaltiger Schlagsahne 294.

de Vries, G. Elektrometrische Bestimmung der Lage von Alkalimetallen auf Papierchromatogrammen 120.

Vulterin, J., und Zýka, J. Bestimmung von Wasserstoffperoxyd mit Kaliumhexacyanoferrat(III) 357.

Wadelin, C., und Mellon, M. G. Bestimmung von Phosphor in Stahl 148.

Waelsch, H., siehe Prescott, B. A.

Wager, H. G. Mikrobestimmung reduzierender Zucker 48.

Wåhlin, E. Polarographische Bestimmung von Metallspuren in organischem Material 238.

Walker, D. C., und Conway, H. S. Bestimmung von Peroxyden in Erdölprodukten 65.

Walker, M. T., siehe Karchmer, J. H.

Walker, O. J., siehe Price, M. J.

Walkley, A., Black, I., und Armstrong. Kohlenstoffbestimmung im Boden 233.

Walter, J. L., und Freiser, H. Spektrophotometrische Bestimmung von zweiwertigem Eisen 400.

Wandrowsky, B., siehe Alten, F.

Wankat, C., und Gatsis, J. G. Bestimmung des Gesamtstickstoffs in Petroleumdestillaten 64. — Siehe auch Thompson, R. B.

Wantier, G., siehe Lacourt, A.

Ward jr., L. F., Moore, R. T., und Ball, J. S. Bestimmung von Stickstoffverbindungen in destilliertem Erdöl 65.

Warf, J. C., Cline, W. D., und Tevebaugh, R. D. Bestimmung von Fluoriden nach Umsetzung mit Wasserdampf bei 1000°C und Wägung des Oxydes 393.

Waring, C. L., und Mela jr., H. Spektralanalytische Bestimmung Seltener Erden und Thorium in Phosphatgestein 226.

Warner, B. R., und Haskell, W. W. Potentiometrische Titrationen in Eisessig mit Perchlorsäure 123.

v. Wartenberg, H. Sauerstoffbestimmung in Oxyden 332.

Washbrook, C. C. Bestimmung der Neutralisations- und Verseifungszahl von gebrauchten Schmierölen 62.

Washizuka, Sh. Abtrennung des Kupfers als Sulfid bei der Bestimmung anderer Metalle 131.

Watson, J. H. E., siehe Ovenston, T. C. J.

Weatherford jr., W. D., siehe Karr jr., C.

Webber, T. J., siehe Reynolds, G. F.

Wedgwood, Ph., und Cooper, R. L. Bestimmung von mehrkernigen Kohlenwasserstoffen in Abwässern 210.

Wehber, P. Bestimmung von Eisen nach Reduktion mit Zinn(II)-chlorid 397.

Weigert, E., siehe Malissa, H.

Weiss, L., und Landecker, M. Fällung von Niob und Tantal 376.

Weissberger, A., siehe Mitchell jr., J.

Weisselberg, K. Nachweis von Magnesium mit Monoazofarbstoffen 114.

Wells, R. A., siehe Hunt, E. C., sowie Mercer, R. A.

Welwart, Y., siehe Bobtelsky, M.

Wenger, F., siehe Hopff, H.

Wennerstrand, B., siehe Kinnunen, J.

Werner, O. Aluminiumbestimmung mit Eriochromcyanin R 243.

Wernimont, G., und Hopkinson, F. D. Bromometrische Bestimmung organischer Sulfide nach der Deadstop-Methode 436.

West, T. S. Methoden und Apparaturen in der Mikroanalyse 116. — Siehe auch Belcher, R.

Westerhoff, W. Kohlenstoffbestimmung im Boden 232.

White, C. E., siehe Grimaldi, F. S.

White, J., Beaton, J. R., und McHenry, E. W. Bestimmung freier Glutaminsäure im Urin 78.

White, J. C., Ross, W. J., und Rowan jr., R. Bestimmung von Sauerstoff in Natrium 210. — Siehe auch Ventura, S.

Whitnack, G. C., und St. Clair Gantz, E. Polarographische Bestimmung von Phthalsäureestern in Kunststoffen 312.

Wickbold, R. Trennung von Alkali-Ionen durch Ionenaustausch 2. — Titrationen zur maximalen Trübung 123. — Sulfatbestimmung durch heterometrische Titration 381.

Wiedmann, H. Photometrische Schnellbestimmung von Cu in Weißmetall 153.

Wieland, Th. Papierelektrophoretische Methode 442.

Wieland, Th., und Berg, A. Trennungen basischer Substanzen auf Carboxylpapier 256.

Wiele, H. Eine Modifikation der Phosphorsäurebestimmung nach der Lorenz-Methode 407 [Or].

Wiertz, P., siehe Baltes, J.

Wilkins, D. H., McCurdy jr., W. H., und Smith, G. F. Spektrophotometrische Untersuchung von Phenanthrolinderivaten als Eisen(II)-komplexe 399.

Wilkins, D. H., und Smith, G. F. Spektrophotometrische Bestimmung von Eisen und Kupfer mit 1,10-Phenanthrolin durch Extraktion 399.

Wilkinson, P. R., Gibson jr., J. A., und Headlee, A. J. W. Spektrochemische Untersuchung zur gravimetrischen Trennung von Ba, Sr und Ca 135.

Willard, H. H., und Dean, J. A. Polarographische Bestimmung von Aluminium 213. — Polarographische Bestimmung von Fluorid 387.

Willard, H. H., und Horton, Ch. A. Fluoridbestimmung 390.

Willard, H. H., Martin, E. L., und Feltham, R. Colorimetrische Bestimmung von Vanadin neben Kupfer 140.

Willard, H. H., und Smith, G. F. Bestimmung von Kalium als Perchlorat 211.

Willard, H. H., und Winter, O. B. Destillationsverfahren zur Fluoridbestimmung 387, 389.

Williams, T. R., und Morgan, R. R. T. Colorimetrische Kupferbestimmung in Pflanzenmaterial 130.

Willits, C. O., Ricciuti, C., Knight, H. B., und Swern, D. Polarographische Bestimmung von Hydroperoxyden 300.

Willits, C. O., Ricciuti, C., Ogg, C. L., Morris, S. G., und Riemenschneider, R. W. Bestimmung der Hydroperoxyde in Fettsäureestern 300.

Willstätter, R., und Schudel, G. Hypojoditmethode zur Bestimmung reduzierender Polymerer 303.

Wilson siehe Allport.

Winkler, O., siehe Böhme, H.

Winram, B. C., siehe Broadbank, R. W. C.

Winter, O. B., siehe Willard, H. H.

Wintersteiner, O. Jodometrische Arsenbestimmungsmethode 353.

Wold, A., Baird, J. H., und Hough, Ch. R. Mikrokristallnachweis von Gallium neben Aluminium 358.

Wolf, R. Potentiometrische Titration von Benzoesäure und Perbenzoesäure 435.

Wolff, G., und Wolff, J. P. Méthodes d'analyse et de controle industriel des matières grasses 145 [L].

Wolff, J. P., siehe Wolff, G.

Wood, A. J., siehe Milner, G. W. C.

Woodhead, J. L., siehe Milner, G. W. C.

Woolf, A. A., siehe Emeléus, H. J.

Wrigge, F. W., siehe Geilmann, W.

Wunderly, Ch. Gerät für papierchromatographische Trennungen 122.

Wyatt, G. H., siehe Bairstow, S.

Xuong, N. D., siehe Dat Xuong.

Yasuda, H., siehe Sakaguchi, T.

Young, D. A., siehe Moore, R. T.

Young, H. Y., und Gill, R. F. Magnesiumbestimmung 306.

Zahn, H., und Rathgeber, P. Bestimmung der endständigen Aminogruppen in Polyamiden 236.

Zannier, H., siehe Rüdorff, W.

Zeleny, L., siehe Hunt, W. H.

Zemek, F., siehe Jantsch, G.

Zemek, O., siehe Jantsch, G.

Ziegler, M., und Glemser, O. Nachweis und photometrische Bestimmung von Nitrit mit Thioglykolsäure 187 [Or].

Zimmermann, B., siehe Bloch, H. S.

Zimmermann, W. Jodometrische Bestimmung von Sulfid 377.

Zimmermann, W. J., und Layton, W. M. Enteiweißen von biologischen Flüssigkeiten 458.

Zuman, P., Zumanová, R., und Souček, B. Polarographische Bestimmung von Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff nebeneinander 379. — Siehe auch Valenta, P.

Zumanová, R., siehe Zuman, P.

Zýka, J., siehe Vulterin, J.

Sachverzeichnis.

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechngen.)

Abwasser, Bestimmung von Fluor 390; von Phenol 209; von mehrkernigen Kohlenwasserstoffen 210; siehe auch Wasser.

4 - Acetaminobenzaldehydthiosemicarbazon, polarographische Bestimmung 440.

Aceton, Nachweis von Methylalkohol in Aceton 46.

Acetyldiphenyloxindole, colorimetrische Bestimmung mit Kaliumcyanoferrat(III) 49.

Acetylsalicylsäure, spektralphotometrische Bestimmung 445.

Aconitin, Bestimmung mit Antimonojodidreagens 317, 318.

Adenin, R_f-Wert und elektrophoretischer Wanderweg 463.

Adeninverbindungen, Lokalisierung durch UV-Photographie auf Papierchromatogrammen 79.

Adenosindiphosphat, papierchromatographische Trennung aus Gemischen in biologischem Material 79.

Adenosinmonophosphat, papierchromatographische Trennung aus Gemischen in biologischem Material 79.

Adenosintriphosphat, papierchromatographische Trennung aus Gemischen in biologischem Material 79.

Adrenalin, papierchromatographischer Nachweis in pharmazeutischen Präparaten 443.

Äpfelsäure, polarographische Bestimmung in Traubenmost und Wein 283; papierchromatographische Schätzung in Wein 284.

Äthanol, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

Äther, Analyse einfacher halogenisierter Äther 432.

Ätherische Öle, analytische Untersuchung 314; Jodzahlbestimmung 315; Bestimmung in Drogen 315.

p-Äthoxyphenylarsinsäure, Arsenbestimmung 355.

Äthylacetat als Verdrängungsmittel zur Bestimmung von Pinen und Limonen 316.

1,4-Äthylbenzylaminophenylmercuriacetat, Reagens auf Cyan-Ionen 35.

Äthyl-n-butyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorat, Schmelzpunkt 437.

N-Äthylcarbazol, Stickstoffbestimmung in Petroleumdestillaten 65.

Äthylcellulose, Eignung als Puffer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

Äthylmorphinhydrochlorid, Eignung als Puffer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

Äthyl-n-propyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorat. Schmelzpunkt 437.

1-Äthylpropylhydroperoxyd, polarographische Untersuchung 358.

4-Äthylpyridin, Bestimmung von Pyridin 313.

Alanin, R_f-Wert 258; in Kupferlösungen 260; Abhängigkeit des R_f-Wertes vom Carboxylgehalt des Papiers 262.

Albumin, elektrophoretische Bestimmung im Blutserum 78.

Aldehyde, Tüpfelnachweis mit Dimedon 45; Bestimmung als Dinitro-2,4-phenylhydrazone 46; Bestimmung mit Natriumhydrogensulfit neben Epoxyden 433.

Aldosen, Bestimmung in zuckerhaltiger Schlagsahne 294.

Aliphatische Disulfide, Nachweis in Petroleum 67; polarographische Bestimmung von elementarem Schwefel in Petroleumfraktionen 66.

Aliphatische Ester, siehe Ester.

Aliphatische Kohlenwasserstoffe, Analyse binärer Gemische aromatischer, aliphatischer und naphthenischer Kohlenwasserstoffe 432.

Aliphatische Thiole, Nachweis in Petroleum 67.

Alkalicarbonate, Bestimmung von Sulfiden und reduzierbarem Schwefel 58.

Alkalien, photometrische Bestimmung von Kieselsäure 221.

Alkalihydroxyde, Bestimmung von Sulfiden und reduzierbarem Schwefel 58.

Alkali-Ionen, elektrische Bestimmung auf Papierchromatogrammen 120.

Alkalimetalle, papierchromatographische Trennung als Chloride 129; Bestimmung neben Mg, Ca und anderen Metallen 323.

Alkaloide, Nachweismethoden 314; Nachweis mit neuem Sprühreagens auf Papierchromatogrammen 318; Fällung mit dem Antimonojodidreagens 317; colorimetrische Bestimmung methylendioxydhaltiger sowie mit Silicowolframsäure fällbarer Alkaloide 317.

Alkohol, Bestimmung des Atemalkoholes nach dem chromometrischen Prüfröhrchenverfahren 76.

Alkohole, Bestimmung tertiärer Alkohole durch Acetylieren 45.

Alkoxylgruppen, Mikrobestimmung in Celluloseäthern 304.

Alkylnitrate, Untersuchung mit dem Nitrometer nach Lunge 35.

Allopregnan-3(α), 20(α)-diol, R_f-Wert und Farbreaktion 80.

Allopregnan-3(β)-ol-20-on, R_f-Wert und Farbreaktion 80.

Allopregnan-3(β), 20(α)-diol, R_f-Wert und Farbreaktion 80.

Allopregnan-3(β), 20(β)-diol, R_f-Wert und Farbreaktion 80.

Allylalkohol, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

Aluminium, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Einfluß von Kieselsäure und Fluorid auf die Al-Bestimmung 249; colorimetrische Bestimmung als Aluminiumoxychinolat 138; Fällung mit Ammoniumphosphat und amperometrische Titration 138; heterometrische Bestimmung mit Oxin sowie mit Kaliumphthalatlösung 125; komplexometrische Bestimmung 106; mit Indicatorsystem nach Brown und Hayes 424, 426; neben Eisen und anderen Elementen 107, 108; Abtrennung von Indium durch Ionenaustausch 11; Trennung von Phosphat 247; von Fe, Cu und Mn 244; colorimetrische Bestimmung in Titanmetall 156; in Titanlegierungen 53; polarographische Bestimmung in Titanlegierungen 213; komplexometrische Bestimmung in Nichteisenlegierungen 213; Bestimmung in kohlenstoffhaltigen Stählen 147; als Oxinat in Portlandzement 59; in Silicatgesteinen 226; in Chromerzen 230; in Lebensmitteln und biologischem Material 241; Trennung des Natriums von Aluminium durch Ionenaustausch 327; des Kaliums von Aluminium durch Ionenaustausch 326; Nachweis von Gallium in Aluminium 358; Mikrokristallnachweis von Gallium neben Aluminium 358.

Aluminium - Hämatoxylinreagens zur Fluorbestimmung 389.

Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Zirkonium 155; von Eisen 217.

Aluminiumnitrid, Bestimmung in C-haltigen Stählen 147.

Aluminiumoxydsauerstoff, Bestimmung in kohlenstoffhaltigen Stählen 146.

Amaranth, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Amberlite IRA 410, Verwendung bei der colorimetrischen Bestimmung von Strontium 133.

Amidstickstoff, siehe Stickstoff.

Aminogruppen, Bestimmung der endständigen Aminogruppen in Polyamiden 236.

m-Aminophenol, Bestimmung in PAS-Natrium 446.

Aminosäuren, papierchromatographische Trennung auf Carboxylpapier 256.

p-Aminosalicylsäure, siehe PAS-Natrium.

Aminothiozon, polarographische Bestimmung 440.

Ammoniak, colorimetrische Bestimmung in Seewasser 203.

Ammoniumstickstoff, siehe Stickstoff.

Amperometrie, Anwendung in der analytischen Chemie 117; Verwendung zur Endpunktsbestimmung der Jod-Thiosulfattitration 34; Titration verschiedener Kationen in Gegenwart von Komplexon 199; Titration von Aluminium 138; von Nickel mit Cyclohexandiondioximlösung 144.

Anaesthesin, papierchromatographische Bestimmung 442.

Analgetica, Nachweismethoden 314.

Analyse des Matières minérales (Meurice, A., und Meurice, Ch.) 31 [L].

Analytische Chemie, Anwendung elektrochemischer Methoden 117.

Analytische Reaktionen, Empfindlichkeit 117.

Anionen, Nachweis mit schwer löslichen Carbonaten 33; mit wenig löslichen Jodaten 34.

Anleitung zur Erkennung und Prüfung der Arzneimittel des Deutschen Arzneibuches (Biechele) 313 [L].

Anorganische Phosphate, Bestimmung von Fluor 393.

Antihistamine, colorimetrische Bestimmung 444.

Antimon, Nachweis mit Quercetin 140; photometrische Bestimmung in Germanium und Silicium 159; polarographische Bestimmung in Blei-Antimonlegierungen 160; Bestimmung des oxydisch gebundenen Antimons in Mineralien 229; Beseitigung der Störungen der Tellurbestimmung durch Antimon 95.

Antimon(III), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminats in der Analyse 174.

Antistin, colorimetrische Bestimmung 444.

Arginin, papierchromatographische Identifizierung durch die Mehrfachtauchmethode 118; papierchromatographische Bestimmung 122; R_f-Wert 258; in Kupferlösungen 260; Abhängigkeit des R_f-Wertes vom Carboxylgehalt des Papiers 262.

Aromaten, UR-spektroskopische Bestimmung in Erdölfraktionen 70; Analyse binärer Gemische von aliphatischen, aromatischen und naphthenischen Kohlenwasserstoffen 432.

Aromatische Disulfide, Nachweis in Petroleum 67; polarographische Bestimmung von Disulfiden und elementarem Schwefel in Petroleumfraktionen 66.

Aromatische Kohlenwasserstoffe, Analyse binärer Gemische aromatischer, aliphatischer und naphthenischer Kohlenwasserstoffe 432.

Aromatische Ringe, Bestimmung der Zahl in Erdölfraktionen 69.

Aromatische Thiole, Nachweis in Petroleum 67.

Arsanilsäure, Reagens zur Wismutbestimmung 347; Arsenbestimmung 355; neben anderen Ionen 356.

Arsen, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Abtrennung von Indium durch Ionenaustausch 11; von Germanium durch Verteilen 142; Bestimmung nach Gutzeit im Boden 234; colorimetrische Bestimmung in Silicaten 229; Bestimmung in organischen Verbindungen 353; in Arsyléne 355; in Phenylarsinsäure und Arsanilsäure neben anderen Metallen 356.

Arsen(III), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 173.

1-(o-Arsenophenylazo)-2-naphthol-3,6-disulfonsäure, siehe Thoron.

4-Arsonphenylazo-N-1-naphthyl-äthylendiamin, Verwendung des Thoriumsalzes zur colorimetrischen Fluoridbestimmung 391.

Arsyléne, Arsenbestimmung 355.

Arzneimittel, Fällung als Tetraphenylborate 314.

Arzneimittelgemische, Bestimmung von Vitamin C 447.

Asche, Bestimmung in Fetten nach den DGF-Methoden 297.

Ascorbinsäure, polarographische Untersuchung 297; siehe auch Vitamin C.

Aspirin, papierchromatographische Bestimmung in Mischungen 112.

Atropin, Bestimmung mit Antimonojodidreagens 317, 318; colorimetrische Bestimmung von Tropasäureestern mit hydrolysiertem Atropin 320.

Aufbereitungsprodukte, photometrische Bestimmung von Niob 369.

Auramin, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Badetorf, analytische Untersuchung 311.

Barium, direkte photometrische Bestimmung 134; komplexometrische Bestimmung 380; gravimetrische und spektrophotometrische Bestimmung mit Äthylmethylpikrat 133; spektrochemische Bestimmung neben anderen Elementen 134; spektrochemische Untersuchung der Trennung von Sr und Ca 135.

Bariumbromid, wasserhaltig, Bestimmung von Sauerstoff 223.

Bariumsulfat, elektronenmikroskopische Untersuchung der Morphologie 134.

Baryt, Bestimmung des Schwefelgehaltes 380.

Bauxit, Nachweis von Gallium 358.

Benadryl, colorimetrische Bestimmung 444.

Benzaldehyd, photometrische Bestimmung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon in Lebensmitteln 279.

Benzilsäure, Fällungsreagens für Zirkon 364.

Benzin, photometrische Kupferbestimmung 63; Bestimmung von elementarem Schwefel 311; Nachweis von Tetraäthylblei 64; siehe auch Extraktionsbenzin.

Benzoesäure, potentiometrische Bestimmung neben Perbenzoesäure 435.

Benzol, massenspektrometrische Bestimmung in Erdöl 69; Analyse des binären Gemisches mit n-Hexan und mit n-Heptan 432.

Benzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Mg 114.

Benzothiophene, Nachweis in Petroleum 67.

Benzoylperoxyd, Bestimmung nach der Kokatnur-Jelling-Methode 435.

Benzylalkohol, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

Benzylbenzoat, Bestimmung neben n-Butylacetanilid in Kleiderimprägnierungsmitteln 311.

Beryllium, empfindlicher Nachweis 192; Trennung von Magnesium als Phosphat 131; Bestimmung in Berylliumcarbid 222.

Berylliumcarbid, Analyse 221.

Berylliumoxyd, Bestimmung in Berylliumcarbid 221.

Betain, Trennung von Cholin in pharmazeutischen Zubereitungen 443.

Bier, colorimetrische Bestimmung von Kupfer 286.

Binäre Gemische, Analyse von Kohlenwasserstoffgemischen 432.

Biologische Flüssigkeiten, polarographische Bestimmung von Chlorid 458.

Biologisches Material, Bestimmung von Wasser 448; von Kalium 448; von Calciumcarbonat 451; von Zink 75; von Aluminium 241; Nachweis von Thallium 453; colorimetrische Bestimmung von Blei 454; polarographische Bestimmung von Blei 455; Bestimmung von Phosphor 456; potentiometrische Bestimmung von Chlorid 457; papierchromatographische Trennung von Adenosinphosphaten und anorganischem Orthophosphat 79; siehe auch Blut, sowie Gewebe, Plasma und Serum.

4,7-Bis-(4-diäthylamino-1-methylbutylamino)-1,10-phenanthrolin, spektrophotometrisches Verhalten des Eisen-(II)-komplexes 399.

4,7 - Bis (3 - diäthylaminopropylamino)-1,10-phenanthrolin, spektrophotometrisches Verhalten des Eisen(II)-Komplexes 399.

Bismarckbraun, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Blei, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Bestimmungsmethoden 28; papierchromatographische Bestimmung mit Hilfe des Dithizonates 121; polarographische Bestimmung an der ruhenden Quecksilberelektrode 195; Bestimmung mit Äthylmethylpikrat 134; heterometrische Mikrobestimmung 124; komplexometrische Bestimmung mit Indicatorsystem nach Brown und Hayes 423, 426; Bestimmung in Calciummetall 155; in Stahl 148; in Gußeisen, Ferromangan und Pyritabbrand 219; komplexometrische Bestimmung in Nickelsulfat 61; Bestimmung in organischem Material 238; spektrochemische Bestimmung in Schmierölen 63; Bestimmung in Bleiseifen 302; polarographische Bestimmung in biologischem Material 455; Bestimmung als Dithizonat in biologischem Material 454; spektrographische Bestimmung in Zweigen 306; volumetrische Bestimmung von Silber in Blei 159; colorimetrische Bestimmung von Wismut neben viel Blei 40; Bestimmung von Sauerstoff 332.

Blei(II), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 172.

Blei-Antimonlegierungen, polarographische Bestimmung von Antimon 160.

Blei-Tellurlegierungen, Bestimmung von Tellur 212.

Bleidioxyd, polarographische Bestimmung in Bleimennige 223; Bestimmung von Sauerstoff 223.

Bleilegierungen, Bestimmung von Zinn 157.

Bleilinoleat, polarographische Bestimmung von Blei 302.

Bleilinoresinat, polarographische Bestimmung von Blei 302.

Bleimennige, polarographische Untersuchung auf Verunreinigungen 223.

Bleimonoxyd, Bestimmung von Sauerstoff 223.

Bleinaphthenat, polarographische Bestimmung von Blei 302.

Bleioxyd, polarographische Bestimmung in Bleimennige 223.

Bleiresinat, Bestimmung von Blei 302.

Bleiseifen, polarographische Bestimmung von Blei 302.

Blut, colorimetrische Bestimmung von Calcium 452; nephelometrische Bestimmung von Zink 75; colorimetrische Bestimmung von Silicium 76; Bestimmung von Chlorid 208; UR-spektroskopische Bestimmung von Kohlenoxydhämoglobin 77.

Blutserum, Bestimmung von kleinen Mengen Kalium 449; Bestimmungsmethoden für Calcium 452; colorimetrische Bestimmung von Ca 131; komplexometrische Bestimmung von

Calcium 452; Bestimmung von Eisen 458; elektrophoretische Bestimmung von Albumin und Globulin 78.

Boden, Bestimmung des p_H-Wertes mit der Glaselektrode 232; Bestimmung von Wasser 232; von Zink 311; von Kohlenstoff 233; von Phosphorsäure 233; des verfügbaren Phosphats durch Ionenaustausch 233; von Arsenspuren 234; von Chlorid 208; von Molybdän 234; von Eisen 235; von Kobalt 235.

Bor, colorimetrische Bestimmung mit 1,1′-Dianthrimid in Titanlegierungen 52; Bestimmung in Holz 238.

Brechweinstein, Titration mit Kaliummetaperjodatlösung 34.

Brom, maßanalytische Bestimmung von elementarem Brom 385; Bestimmung von Fluorid in Brom 388.

p-Brombenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Mg 114.

Bromide, Bestimmung durch Pyrohydrolyse bei 1000°C und Wägung des zurückbleibenden Oxyds 393.

p-Brommandelsäure, Reagens auf Zirkon 363.

Brompentafluorid, Bestimmung durch Umsetzung mit Brom 385.

Bromphenolblau, Adsorptionsindicator bei der Bestimmung von Silber in Blei 159.

Bromwasserstoffsäure, Bestimmung von Fluorid 388.

Brucin, Reagens zur Nitratbestimmung in biologischen Flüssigkeiten 455; Eignung als Puffer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201; Bestimmung mit Antimonojodidreagens 317, 318.

Brunnenwasser, siehe Wasser.

Büffelmilch, Unterscheidung von Kuhmilch im UV-Licht 294.

Butanol, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

n-Butylacetanilid, Bestimmung neben Benzylbenzoat in Kleiderimprägnierungsmitteln 311.

tert.-Butylhydroperoxyd, polarographische Bestimmung neben Wasserstoffperoxyd 358.

Cadion, Reagens auf Cadmium 137.

Cadmium, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 168; Nachweis mit „Cadion“ 137; papierchromatographische Bestimmung des Dithizonates 121; polarographische Bestimmung an der ruhenden Quecksilberelektrode 195; komplexometrische Bestimmung mit Indicatorsystem nach Brown und Hayes 423, 425; Bestimmung als Reineckat des Cadmiumthioharnstoffkations 138; elektrolytische Trennung von Ag, Cu und Zn 35; polarographische Bestimmung in Ca-Metall 155; Bestimmung in organischem Material 238; von Sauerstoff in Cadmium 332.

Calcium, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; flammenphotometrische Bestimmung 129; indirekte colorimetrische Mikrobestimmung als Molybdat 131; mit Murexid neben Magnesium 132; komplexometrische Bestimmung 380; komplexometrische Bestimmung neben Sr 132; spektrochemische Untersuchung der Trennung von Ba und Sr 135; Trennung des Natriums von Calcium durch Ionenaustausch 327; des Kaliums von Calcium durch Ionenaustausch 326; spektrographische Bestimmung in Seewasser 206; Bestimmung in Natrium und seinen Verbindungen 211; in Titanlegierungen 52; direkte Bestimmung in einer biologischen Flüssigkeit 450; flammenphotometrische Bestimmung in Serum und Geweben 449, 450; flammenspektrophotometrische Bestimmung im Serum 451; Fehlerbreite der flammenphotometrischen Bestimmung in Serum und Urin 451; colorimetrische Bestimmung im Blut 452; als Molybdat im Blutserum 131; komplexometrische und Halbmikrobestimmung in Blutserum und Körperflüssigkeiten 452; polarographische Bestimmung metallischer Verunreinigungen 154; Bestimmung der Alkalimetalle neben Calcium durch Ionenaustausch 323.

Calciumcarbonat, Bestimmung in biologischem Material 451.

Carbonate, schwer lösliche Carbonate zum Nachweis von Anionen 33.

Carbonylgruppen, Mikrobestimmung mit nitrosubstituierten Phenylhydrazinen 47; Bestimmung in Oxycellulosen 303.

Carbonylverbindungen, Bestimmung in ranzigen Fetten und Nahrungsmitteln 291.

o-, m- und p-Carboxybenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Magnesium 264.

Carboxymethylcellulose, Bestimmung von Metallspuren 238.

Carnallit, Bestimmung in Kalirohsalzen 220.

Cellulose, Bestimmung durch Oxydation mit Dichromat 49; von Metallspuren in Cellulose 238; von reduzierenden Polymeren bei der Hydrolyse 303.

Celluloseäther, Mikrobestimmung von Alkoxylgruppen 304.

Cer, Trennung von Eisen durch Verteilen zwischen zwei Lösungsmitteln 25; Bestimmung durch UV-Absorption in Uran 214; siehe auch Seltene Erden.

Cer(III), Bestimmung mit Äthylmethylpikrat 134.

Ceresine, Bestimmung unverzweigter Kohlenwasserstoffe 68.

Chinarhabarber, Unterscheidung von Rhapontikrhabarber 447.

Chinin, Bestimmung mit Antimonojodidreagens 317, 318.

Chinolinchinon-(5,8)-[8-oxychinolyl-5-imid]-(5), siehe Indo-oxin.

Chlor, Bestimmung in Wasser 205; in Kohle 309.

o-, m- und p-Chlorbenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Magnesium 114.

Chlorid, Bestimmung in verschiedenen Naturstoffen 208; potentiometrische Bestimmung in biologischem Material 457; polarographische Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 458.

Chloride, Bestimmung durch Pyrohydrolyse bei 1000°C und Wägung des zurückbleibenden Oxydes 393.

Chlormagnesium, Bestimmung in Kalirohsalzen 220.

Cholesterin, colorimetrische Bestimmung in Wollfett 303; spektrophotometrische Bestimmung in Wollwachs 302.

Cholin, photometrische Bestimmung mit Dipikrylamin 444; Trennung von Betain in pharmazeutischen Zubereitungen 443.

Cholinderivate, photometrische Bestimmung mit Dipikrylamin 444.

Chrom, Funktion der Silber-Ionen bei der Oxydation mit Ammoniumpersulfat 27; heterometrische Bestimmung mit Kaliumphthalatlösung 125; polarographische Bestimmung neben Eisen 396; in Calciummetall 154; colorimetrische Bestimmung in Titanlegierungen 56; Bestimmung in Temperguß nach dem Diphenylcarbazidverfahren 149; spektralanalytische Bestimmung in Organen 457; Bestimmung von Eisen in Chrom 217; Mikrobestimmung von Eisen neben Chrom 398.

Chromat, colorimetrische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd neben Chromat 357.

Chromatographie, colorimetrische Bestimmung von Niob und Tantal nach chromatographischer Abtrennung 370; Fraktionierung von Erdölen 62; Trennung von Farbstoffen 282; Untersuchung von Systox 73; Trennung von Pregnandiol und verwandten Verbindungen 80; siehe auch Papierchromatographie sowie Säulenchromatographie.

Chromazurol S, Reagens zum Nachweis von Beryllium 192; Indicator zur komplexometrischen Kupferbestimmung 275; zur komplexometrischen Aluminiumbestimmung 106; zur komplexometrischen Eisenbestimmung 351.

Chromerze, technische Analyse 230.

Chromotropsäure, Reagens zur Glycerinbestimmung 283.

Chromoxyd, Bestimmung als Chromat bei physiologischen Versuchen 457.

Chromtrioxyd, Bestimmung von Sauerstoff 223.

Citral, Empfindlichkeit der Reaktion mit Dimedon 46; polarographische Bestimmung neben Citronellal 316.

Citronellal, polarographische Bestimmung neben Citral 316.

Citronellöl, polarographische Bestimmung von Citral neben Citronellal 316; Bestimmung von fetten Ölen in Citronellöl 316.

Citronensäure, heterometrische Mikrobestimmung 124.

Codein, spektrophotometrische Bestimmung 320.

Coffein, Bestimmung mit Antimonojodidreagens 317, 318; papierchromatographische Bestimmung in Mischungen 112.

Columbit, Trennung von Niob und Tantal 375.

Constantes physiques des composés organiques cristallisés (Timmermans) 432 [L].

Conteben, polarographische Bestimmung 440.

Coulometrie, polarographische Bestimmung der Stromausbeute 200; Bestimmung von Sulfanilsäure, Sulfanilamid, Sulfanilguanidin und Sulfathiazol 440.

Crataeguspräparate, papierchromatographische Analyse 447.

Cremes, Bestimmung von Bactericiden 71.

Cupral, siehe Diäthyldithiocarbaminat.

Cyan-Ionen, Nachweis in Lösungen und in der Gaskammer 35.

Cyanide, Bestimmung in der Luft 36.

Cyclohexan, massenspektrometrische Bestimmung in Erdöl 69; UR-spektroskopische Bestimmung in Petroleum 70.

Cyclohexandiondioxim, Reagens zur amperometrischen Nickelbestimmung 144.

Cyclohexanol, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

Cyclohexylhydroperoxyde, polarographische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd neben Cyclohexylhydroperoxyd 358.

Cycloolefine, Schnellbestimmung in Extraktionsbenzinen 310.

Cyclopentanol, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

Cytosin, R_f-Wert und elektrophoretischer Wanderweg 463.

Datteln, Al-Gehalt 251.

Datura sanguinea, papierchromatographische Trennung der Alkaloide 320.

DDT, Trennung von anderen Insecticiden 73.

Dead stop-Methode, Anwendung in der analytischen Chemie 117; zur Endpunktsbestimmung bei Jod-Thiosulfattitration 34; Bestimmung organischer Sulfide 436.

Decamethoniumjodid, Bestimmung mit Dipikrylamin 48.

α-Dehydroequilenin, colorimetrische Bestimmung von α-Oestradiol neben β-Oestradiol 459.

Desoxycorticosteronacetat, Eignung als Puffer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

Desoxyribonucleinsäure, papierelektrophoretische Trennung von Ribonucleinsäure 464.

Dessertwein, Al-Bestimmung 250.

4-(3-Diäthylaminopropylamino)-1,10-phenanthrolin, spektrophotometrisches Verhalten des Eisen(II)-Komplexes 399.

Diäthyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorat, Schmelzpunkt 437.

Diäthyldithiocarbaminat, (Cupral), zur Bestimmung von Cu und Co in Ni 220.

Diäthyldithiocarbaminate, Anwendung in der Analyse 90; Abhängigkeit der Extrahierbarkeit verschiedener Metallkomplexe vom p_H-Wert 165.

Diäthyl-p-phenylendiamin (Diamin), Bestimmung in Luft 51.

Diäthyl-p-phenylendiaminsulfat (Diaminsulfat), Bestimmung in Luft 51.

Dialkylhydrazide, oxydimetrische Bestimmung von symmetrischen Dialkylhydraziden 50.

Dialkylsulfide, Identifizierung 436.

Diamantgrün, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Diamin, siehe Diäthyl-p-phenylendiamin.

Diaminsulfat, siehe Diäthyl-p-phenylendiaminsulfat.

Dibenzothiophene, Nachweis in Petroleum 67.

Dibenzyltetrasulfid, polarographische Bestimmung 437.

Dibenzyltrisulfid, polarographische Bestimmung 437.

Dibromoxin, Reagens auf Germanium 360.

Di-n-butyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorat, Schmelzpunkt 437.

Di-n-butyltetrasulfid, polarographische Bestimmung 437.

Di-tert.-butyltetrasulfid, polarographische Bestimmung 437.

Di-n-butyltrisulfid, polarographische Bestimmung 437.
2,4-, 3,4- und 2,5-Dichlorbenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Magnesium 114.
Dichlorophene, Bestimmung in kosmetischen Zubereitungen 71.
Diensäuren, spektrophotometrische Bestimmung 300.
Digitoxin, Eignung als Puffer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.
α,β-Dihalogenalkyläther, Nachweis und Bestimmung 432.
Diisobutylsulfid, Identifizierung 436.
Diisopropylsulfid, Identifizierung 436.
Dilan, papierchromatographische Bestimmung 72.
Diliursäure, Reagens zur Kaliumbestimmung 127.
Dimedon (5,5-Dimethylcyclohexandion), Reagens auf Aldehyde 45.
1,4-Dimethylaminophenylmercuriacetat, Reagens auf Cyan-Ionen 35.
Dimethyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorat, Schmelzpunkt 437.
Dimethylgelb, Eignung als Puffer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.
Dimethylglyoxim, zur heterometrischen Bestimmung des Nickels 124.
3,3′-Dimethylnaphthidin, Eignung als Redoxindicator 127; Indicator bei komplexometrischen Titrationen 422; Reagens zur Bestimmung von Chlor in Wasser 205.
3,3′-Dimethylnaphthidinsulfonsäure, Eignung als Redoxindicator 127.
2,9-Dimethyl-1,10-phenanthrolin, Reagens auf Kupfer 285.
2,4-Dinitrobenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Magnesium 264.
2,6-Dinitrobenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Magnesium 264.
Dioxy-3,4-benzolaminooxydiphenyl, Reagens auf Germanium 362.
Dioxy-1,2-naphthalin-diphenylcarbinol, Reagens auf Germanium 362.
Dioxy-3,4-phenyl-4′-azobenzol, Reagens auf Germanium 362.
Dioxy-3,4-phenylazotriphenyl, Reagens auf Germanium 361.
Diparcol, colorimetrische Bestimmung 444.
NN-Diphenyl-N′-äthylharnstoff, Farbreaktion 111.
NN-Diphenyl-N′N′-diäthylharnstoff, Farbreaktion 111.
Diphenyldisulfid, polarographische Bestimmung 437.
NN-Diphenylharnstoff, Farbreaktion 111.
NN-Diphenylharnstoffchlorid, Farbreaktion 111.
Diphenyloxindol, colorimetrische Bestimmung mit Kaliumcyanoferrat-(III) 49.
Diphenylthiomethane, Nachweis in Petroleum 67.
Diphosphopyridinnucleotid, drei Bestimmungsmethoden 463.
Dipikrylamin, Reagens auf Cholin und Cholinderivate 444.
Di-n-propyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorat, Schmelzpunkt 437.
Disulfide, Bestimmung neben Thiolen 68.
Dodecylschwefelsaures Natrium, Eignung als Puffer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.
Dodecylsulfonsaures Natrium, Eignung als Puffer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.
Dowex 2, Austauscher zur Trennung der Alkalimetalle von Calcium und Magnesium 324.
Dowex 50, zur Trennung von Zirkon und Hafnium 367.
Drogen, Bestimmung von ätherischen Ölen 315; siehe auch vegetabile Drogen.
Dysprosium, siehe Seltene Erden.

E 605, Trennung von anderen Insecticiden 73.
Edelmetalle, Bestimmung von Eisen in Edelmetallen 218.
Eidotter, Bestimmung von Fett 294.
Eierteigwaren, Nachweis eines lecithinspaltenden Fermentes 295; Ermittlung des Eigehaltes 295.
Eigehalt, Bestimmung in Teigwaren 295.
Einführung in den Gebrauch des Polarisationsmikroskops (Kästner) 31 [L].

Einführung in die Kolloidchemie (Lottermoser) 32 [L].

Einwertige Alkohole, papierchromatographische Trennung und Nachweis durch Fluorescenz 44.

Eiweißzerstörung, Bestimmung in Gefriermilch 293.

Eisen, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Einfluß von Kupfer(I)-jodid auf die jodometrische Bestimmung 397; 2-Fluorenylnitrosohydroxylamin als Reagens auf Eisen 395; colorimetrische Bestimmung mit Rhodanid 398; photometrische Bestimmung mit Nitrilotriessigsäure 401; spektrophotometrische Bestimmung mit 1,10-Phenanthrolin neben Cu durch Extraktion 399; potentiometrische Titration des 8-Oxychinolats mit Bromat 41; heterometrische Titration mit Kaliumphthalatlösung 125; komplexometrische Bestimmung mit Chromazurol S als Indicator 351; mit Variaminblau als Indicator 397; mit Indicatorsystem nach Brown und Hayes 424, 426; maßanalytische Bestimmung nach Reduktion mit Zinn(II)-chlorid 397; Bestimmung mit Natriumpenicillin G 396; polarographische Bestimmung neben Chrom 396; photometrische Bestimmung mit Hilfe von Triphenylmethylarsoniumthiocyanat neben Kobalt, Nickel und Chrom 398; Bestimmung in Legierungen 216; in verschiedenen Metallen 217; in Edelmetallen 218; spanlose Bestimmung in Kupferlegierungen 153; Bestimmung in Tantal und Tantaloxyd 156; in Nickelsulfat 60; in Erzen, Schlakken und Schmelzflüssen 231; in Chromerzen 230; im Boden 235; in organischem Material 238; spektrochemische Bestimmung in Schmieröl 63; spektrophotometrische Bestimmung im Serum 459; Bestimmung im Blutserum 458; gleichzeitige Bestimmung von Eisen und Kupfer im Serum 458; Trennung des Natriums von Eisen durch Ionenaustausch in Gegenwart von Salzsäure 327; des Kaliums von Eisen durch Ionenaustausch 326, 328; Abtrennung von Aluminium 244; von Indium durch Ionenaustausch 11; Trennung von Cer durch Verteilen zwischen zwei Lösungsmitteln 25; Bestimmung von Sauerstoff und Kohlenstoff 145; von Schwefel 378; durch Verbrennung 219; photometrische Bestimmung von Kobalt mit Nitroso-R-Salz neben Eisen 152.

Eisen(II), spektrophotometrische Studie über Phenanthrolinderivatkomplexe 399; Verhalten bei der potentiometrischen Titration mit Permanganat 142; spektrophotometrische Bestimmung mit 2-(2-Pyridyl)-benzimidazol oder 2-(2-Pyridyl)-imidazolin 400; Bestimmung neben Eisen(III) mit Rhodanid 398.

Eisen(III), photometrische Titration 398; Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 180; Bestimmung neben Eisen(II) mit Rhodanid 398; polarographische Bestimmung in Erzen 200.

Eisen(II)-sulfat, Titration mit Kaliummetaperjodatlösung 34.

Eisen(II)-thiocyanatmethode zur Bestimmung von Peroxyden und Wasserstoffperoxyd 434.

Eisen(III)-2,4-Dioxyacetophenon, Bleichung durch Fluorid 393.

Eisen(III)-2,4-Dioxybenzaldoxim, Bleichung durch Fluorid 393.

Eisen(III)-Komplexe, Bleichung durch Fluorid 392.

Eisen(III)-5-Phenylsalicylsäure, Bleichung durch Fluorid 393.

Eisenlegierungen, Bestimmung von Si 218.

Eläostearinsäure, spektrophotometrische Bestimmung von Linolsäure und Diensäuren in Gegenwart großer Mengen Eläostearinsäure 300.

Elektrochemische Methoden in der analytischen Chemie 117.

Elektroden, feste Gold-, Graphit-, Bleidioxyd- und Platin-Elektroden 196; ruhende Quecksilberelektrode 195; ruhende und rotierende Platinelektroden 196; rotierende Platinelektrode 194; vibrierende Platinmikroelektroden 197.

Elektrolyte, analytische Auswertung von Austauschreaktionen zwischen löslichen und schwer löslichen Elektrolyten 33.

Elektrolytnickel, Bestimmung von Si 219.

Elektrophorese, Bestimmung von Albumin und Globulin in Blutserum 78; siehe auch Papierelektrophorese.

Elementaranalyse, neuer Verbrennungsofen 321.

Emetin, Bestimmung mit Antimonojodidreagens 317, 318.

Empfindlichkeit analytischer Reaktionen 117.

Eosin, Eignung als Puffer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201; Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Epoxyde, Bestimmung von Aldehyden neben Epoxyden mit Natriumhydrogensulfit 433.

Epoxyverbindungen, Bestimmung mit Natriumsulfit 433; UR-Spektra 433.

Erdnußbutter, Bestimmung von Feuchtigkeit 287.

Erdöl, chromatographische Fraktionierung unverdünnter Erdöle 62; Bestimmung von Stickstoffverbindungen 65; massenspektrometrische Bestimmung von Benzol, Cyclohexan und Methylcyclopentan 69; Bestimmung der Zahl der aromatischen und Naphthenringe 69.

Erdölfraktionen, Bestimmung der Aromaten 70.

Erdölprodukte, Bestimmung von Peroxyden 65.

Eriochromcyanin R, Reagens zur Aluminiumbestimmung 242.

Eriochromrot B, zur fluorimetrischen Bestimmung von Fluorid 390.

Erze, spektrophotometrische Bestimmung von Kupfer 225; UV-spektrophotometrische Bestimmung von Tantal 370; Bestimmung von Europium 227; von Vanadin 140; von Eisen 231; von Eisen(III) mittels potentiometrischer Polarographie 200; spektrophotometrische Bestimmung von Kobalt 231.

Essigsäure, Bestimmung neben Schwefelsäure durch Leitfähigkeitsmessung 382.

Ester, UR-spektroskopische Untersuchung von gesättigten und ungesättigten aliphatischen Estern 47.

Europium, Bestimmung in Erzen der seltenen Erden 227; siehe auch Seltene Erden.

Euxenit, Trennung von Niob und Tantal 375.

Extraktionsbenzin, Bestimmung des Olefin- und Cycloolefingehaltes 310.

Fällung aus homogener Lösung, Trennung des Kupfers als Sulfid von anderen Metallen 131.

Falicain, polarographische Bestimmung 441; Bestimmung als Reineckat 441; papierelektrophoretischer Nachweis der Zersetzung 442.

Feinzink, Bestimmung von Sauerstoff 340.

Fermente, Nachweis eines lecithinspaltenden Fermentes in Eierteigwaren 295.

„Ferrichrom", Bestimmung 76.

Ferromangan, Bestimmung von Blei 219.

Ferromolybdän, Fällung von Mo als Sulfid mit Ammoniumthiosulfat 151.

Ferroniob, Bestimmung von Zinn 216.

Ferrotantalniob, Bestimmung von Zinn 216.

Ferrowolfram, Bestimmung von Kupfer 146; von Zinn 216.

Fett, Diskussion der DGF-Einheitsmethoden zur Untersuchung 297; Anwendung von polarographischen Untersuchungen 297; Beurteilung des Frischezustandes 289; Bestimmung in Futtermitteln 298; in zuckerhaltiger Schlagsahne 294; in lecithinhaltigen Erzeugnissen 294; von Carbonylverbindungen in ranzigen Fetten 291; siehe auch tierisches sowie pflanzliches Fett.

Fette Öle, Bestimmung in Citronellöl 316.

Fettsäureester, polarographische Bestimmung von Hydroperoxyden 300.

Fettsäuren, Untersuchung nach den DGF-Methoden 297; UR-spektroskopische Untersuchung von gesättigten und ungesättigten Fettsäuren 47; Reinigung langkettiger Säuren über die Magnesiumseifen 300; Bestimmung neben Harzsäuren in Seifen 301; quantitative Hydrierung zur Bestimmung 300; Bromierung ungesättigter Fettsäuren 300; Bestimmung der freien Fettsäuren in Ricinusbohnen 298; der Zusammensetzung in partiell hydriertem Holzöl 299.

Feuchtigkeit, Bestimmung in Berylliumcarbid 221; in Ricinusbohnen 298; in Erdnußbutter 287; siehe auch Wasser.

Flachssamen, Schnellbestimmung des Ölgehaltes 297.

Flammenphotometrie, Bestimmung von Natrium und Kalium in Zink-Cadmiumsulfidphosphoren 224; von Na, K, Mg und Ca 449; von K, Na und Ca 129; von Calcium in Serum und Urin 450; Fehlerbreite der Ca-Bestimmung in Urin und Serum 451.

Flammenspektrophotometrie, Bestimmung von Calcium im Serum 451.

Flüssige Proben, Apparatur zur Extraktion 118.

Fluor, gravimetrische Bestimmung als Lanthanfluorid 385; Bestimmung mittels Fällung als Bleichlorfluorid 386; maßanalytische Bestimmung von elementarem Fluor 384; Titration mit Cer(III)-chloridlösung 386; Bestimmung mit Hilfe eines Zirkonalizarinlacks 393; in Gegenwart von Borat 395; Abtrennung durch Destillation und Bestimmung mit Cer(III)-salzlösung 387; Abtrennung von störenden Stoffen bei maßanalytischen oder fluorimetrischen Bestimmungen 394; Bestimmung in Wässern 390; in Fluorsilicaten 394; in Pflanzenmaterial 394; in kieselsäurereichen Pflanzen 307.

2-Fluorenylnitrosohydroxylamin, Eisenreagens 395.

Fluorescein, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Fluorescenzindicatoren, Verwendung zur Untersuchung von Lackverdünnungsmitteln 312.

Fluorid, Reaktion und Bestimmung mit Aluminium-Hämatoxylinreagens 389; colorimetrische Bestimmung 391; spektrophotometrische Bestimmung durch Farbschwächung der Thorium-Chromazurol S-lösung 392; Bleichwirkung auf Eisen(III)-komplexe 392; fluorimetrische Bestimmung 390; polarographische Bestimmung mit Kathodenstrahlpolarographen 387; indirekte komplexometrische Bestimmung nach Fällung mit Calciumfluorid 385; Bestimmung durch Pyrohydolyse bei 1000° C und Wägung des zurückbleibenden Oxydes 393; Bestimmung in Salzsäure, Bromwasserstoffsäure und Brom 388; Einfluß auf die Al-Bestimmung 249.

Fluorierte Mandelsäure, Reagens auf Zirkon 363.

Fluorimetrie, Bestimmung von Erdölfraktionen 62; der Oestrogene im Plasma 459; im normalen Harn 462.

Fluorsilicate, Bestimmung von Fluor und Silicium 394.

Flußwasser, Bestimmung von Fluor 390.

Folinsäure, polarographische Untersuchung 297.

Formaldehyd, Nachweis in Methylalkohol 46; Empfindlichkeit der Reaktion mit Dimedon 46.

Fructose, Bestimmung in zuckerhaltiger Schlagsahne 294.

Fungicide, Bestimmung von Tetrachlorhydrochinon 74.

Furfurol, zur Bestimmung von Pentosanen in Holzzellstoffen 305; Empfindlichkeit der Reaktion mit Dimedon 46; spektrophotometrische Bestimmung in raffinierten Ölen 71.

α-Furyldioxim, Reagens zur Nickelbestimmung 144.

Futterasche, Bestimmung von Chromoxyd 457.

Futtermittel, Bestimmung von Fett 298.

G-Säure, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Gadolinium, siehe Seltene Erden.

Gallium, Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 170; Nachweis mit Salicyliden-o-aminophenol 358; Mikrokristallnachweis neben Aluminium 358; maßanalytische Bestimmung 359; Trennung und Bestimmung des Chlorides aus saurer Lösung 359.

Gase, Bestimmung von Sauerstoff 236.

Gefriermilch, Bestimmung der Eiweißzerstörung 293.

Gegenstromverteilungsverfahren, Anwendung zu Trennungen 118.

Gentisinsäure, Bestimmung neben Salicylsäure und Salicylamid 446.

Germanium, Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 172; Nachweis mit Hilfe von Dioxy-3,4-Phenylazotriphenyl 361; papierchromatographischer Nachweis mit Phenylfluoron 361; Fällung mit Thioacetamid und Bestimmung als Oxingermano-12-molybdat 360; Reaktion und quantitative Bestimmung mit o-Diphenolen 362; photometrische Bestimmung mit Phenylfluoron

362; papierchromatographische Bestimmung 360; Lösungsmittelgemische für die papierchromatographische Abtrennung 361; polarographische Bestimmung 359; Reduktionsstufen in der Polarographie 360; Trennung von Arsen durch Verteilen 142; photometrische Bestimmung von Verunreinigungen 159.

Germaniumdioxyd, Bestimmung von Sauerstoff 223.

Gesättigte Fettsäuren, Bestimmung 300.

Gesamtfettsäuren, Untersuchung nach den DGF-Methoden 297.

Gesamtschwefel, Bestimmung in Kohlen 309.

Gesteine, Bestimmung von Uran 384.

Gewebe, flammenphotometrische Bestimmung von Na, K, Mg und Ca 449; colorimetrische Bestimmung von Silicium 76; Eisenbestimmung in pflanzlichem und tierischem Gewebe 459.

Giftpillen, Bestimmung von Krysid 74.

Glas, Bestimmung von Silicium mit Hilfe von Ionenaustausch 222.

Globuline, elektrophoretische Bestimmung im Blutserum 78.

Glutaminsäure, papierchromatographische Bestimmung 122; R_f-Wert 258; Bestimmung im Urin 78.

Glycerin, Nachweis mit Dimedon 46; Bestimmung in Mosten und Likören mit Hilfe von Chromotropsäure 283; Bestimmung von Trimethylenglykol in Glycerin 296.

Glycerinmonooleat, Untersuchung nach dem Gegenstromverteilungsverfahren 118.

Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie 116 [L].

Gold, Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 166.

Gossypol, Reagens zum Mo-Nachweis im Stahl 150.

Gras, Bestimmung von Fluor 307.

Grundzüge der pharmazeutischen und medizinischen Chemie. Teil II. Organische Chemie (Rosenmund-Vogt) 313 [L].

Guanidin, papierchromatographische Identifizierung nach der Mehrfachtauchmethode 118.

Guanin, R_f-Wert und elektrophoretischer Wanderweg 463.

Guineagrün, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Gußeisen, Bestimmung oxydischer Einschlüsse 146; von Blei 219.

Gutta, nephelometrische Bestimmung in Pflanzen 308.

H-Säure, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Hämatoxylin, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Hafnium, spektrographische Bestimmung in Zirkonium 366; Trennung von Zirkon durch Ionenaustausch 367.

Halogenide, Bestimmung mit Bromtrifluorid 385.

Halogen-Ionen, Nachweis mit AgSCN und Eisen(III)-salz 33.

Handelsphosphide, Bestimmung von Phosphid 224.

Harn, Bestimmung von Chlorid 208; papierchromatographischer Nachweis von Phenylbrenztraubensäure 77; fluorimetrische Bestimmung der Oestrogene 462; siehe auch Urin.

Harnstoff, Farbreaktionen der Substitutionsprodukte 109.

Harnstoffderivate, Eigenschaften einiger Harnstoffderivate 110.

Harnstoffeinschlußverbindungen, zur Bestimmung von unverzweigtem Kohlenwasserstoff in Handelsparaffinen und -ceresinen 68; zur Untersuchung von n-, Iso- und Ringparaffinen 441.

Harzsäuren, Bestimmung neben Fettsäuren in Seifen 301.

HCH, (Hexachlorcyclohexan), Trennung von anderen Insecticiden 73.

Hefe, Bestimmung von Metallspuren 238.

n-Heptan, Analyse des binären Gemisches mit Benzol sowie Toluol 342.

Heptanol-1, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

Heterometrische Titrationen, Allgemeines 123; Heterometer 124; Bestimmung von Kupfer mit Oxin 126; in Legierungen 126; von Magnesium mit Oxin 125; von Zink mit Chinaldinsäure 126; von Aluminium mit Oxin 125; von Blei oder Citronensäure 124; von Sulfat 381; von Uran(VI) mit Dinatriumphosphatlösung, sowie mit Cyanoferrat(II)-lösung 384; von

Eisen-, Chrom- und Aluminiumsalzen mit Kaliumphthalatlösung 125; von Nikkel mit Dimethylglyoxim 124.

Hexachlorophen, Bestimmung in kosmetischen Zubereitungen 71.

n-Hexan, Analyse des binären Gemisches mit Benzol 432.

Hexanol-l, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

Histadyl, colorimetrische Bestimmung 444.

Histaphen, colorimetrische Bestimmung 444.

Histidin, R_f-Wert 258; in Kupferlösungen 260; Abhängigkeit des R_f-Wertes vom Carboxylgehalt des Papiers 262.

Hochofenschlacke, Bestimmung des Schwefelgehaltes 380.

Holz, Bestimmung von Bor 238.

Holzöl, Bestimmung der Fettsäurezusammensetzung in partiell hydriertem Holzöl 299.

Holzölprodukte, Bestimmung des Ölgehaltes 299.

Holzzellstoffe, Bestimmung von Pentosanen 305.

Honig, Bestimmung von Wasser 286; polarographische Bestimmung von Oxymethylfurfurol 287.

Hormone, Bestimmung von Wasser 448.

Hüttenrohzink, Bestimmung von Sauerstoff 340.

Humus, Bestimmung von mehrkernigen Kohlenwasserstoffen 210.

Hydrazin, Identifizierung auf Papierchromatogrammen mit Pikrylchlorid 37.

Hydrazinsulfat, Titration mit Kaliummetaperjodatlösung 34.

Hydrochinon, Titration mit Kaliummetaperjodatlösung 34.

Hydroperoxyde, polarographische Bestimmung in Fettsäureestern 300.

Hydroxylamin, Identifizierung auf Papierchromatogrammen mit Pikrylchlorid 37.

Identification of Organic Compounds (Veibel) 431 [L].

Indicatoren, Bestimmung des Indicatorfehlers 126.

Indicatorsystem nach Brown und Hayes, Anwendung bei komplexometrischen Titrationen 421.

Indigocarmin, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Indium, Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 170; Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; quantitative Bestimmung 8; polarographische Bestimmung an der ruhenden Quecksilberelektrode 195.

Indo-oxin, Reagens zur photometrischen Zinkbestimmung 136.

Induktion bei Redoxtitrationen 100.

Insecticide, Untersuchung von Systox 73; papierchromatographische Trennung von DDT, HCH und E 605 73.

Ionenaustausch in der Papierchromatographie 122; automatische Trennsäule 342; Adsorptionsverhalten verschiedener Elemente an Anionenaustauschern 17; Untersuchung schwerlöslicher Salze 447; Verwendung in der Wasseranalyse 205; Trennung von Lithium-, Natrium- und Kalium-Ionen 1; zur Bestimmung von Kalium und Natrium 128; Trennung des Kaliums von verschiedenen anderen Metallen 328; Anwendung zur Trennung der Alkalimetalle von Magnesium, Calcium und anderen Metallen 323; zur Trennung des Indiums von Eisen, Aluminium und Arsen 11; zur Bestimmung von Si in Glas 222; Trennung von Zirkon und Hafnium 367; Bestimmung des verfügbaren Phosphats im Boden 233.

Ionenaustauscher, Verwendung in der analytischen Chemie 323.

Iridium, Bestimmung neben anderen Platinmetallen 43.

Iridium(III), Verhalten bei der potentiometrischen Titration mit Permanganat 142.

Iridium(IV), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 184.

Isoparaffine, Bestimmung als Harnstoffeinschlußverbindungen in pharmazeutischen Vaselinen 441.

Jod, Bestimmung neben Jodid in Jodquellwässern 208.

Jodate, schwer lösliche Jodate zum Nachweis von Anionen 34.

Jodid, Bestimmung von Jod neben Jodid in Jodquellwässern 208.

Jodobenzol, polarographische Bestimmung 439.

Jodosobenzol, polarographische Bestimmung 439.

Jodquellwässer, Bestimmung von Jod neben Jodid 208.

Jod-Thiosulfattitration, amperometrische Endpunktsbestimmung 34.

Jodzahl, Bestimmung in ätherischen Ölen 315.

Kakaokerne, Al-Gehalt 251.

Kakaopulver, Al-Gehalt 251.

Kalirohsalze, Bestimmung von Chlormagnesium oder Carnallit 220.

Kalium, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Bestimmung mit Dilitursäure 127; alkalimetrische Bestimmung nach Fällung mit Natriumtetraphenyloborat 415; Schnelltitration 128; flammenphotometrische Bestimmung 129; elektrische Bestimmung auf Papierchromatogrammen 120; Bestimmung in Lösungen mit Hilfe des Geiger-Müller-Zählrohres 81; Bestimmung in Natrium und seinen Verbindungen 211; flammenphotometrische Bestimmung in Zink-Cadmiumsulfidphosphoren 224; in Geweben 449; Bestimmung in biologischem Material 448; in einer biologischen Flüssigkeit 450; als 12-Phosphormolybdat im Blutserum 449; volumetrische Bestimmung in Pflanzen als Tetraphenylbornatrium 237; papierchromatographische Trennung als Sulfat oder Citrat von anderen Alkalimetallen 128; Trennung von Lithium und Natrium durch Ionenaustauscher 1; Trennung von verschiedenen Metallen durch Ionenaustausch (Tabelle) 326; in Gegenwart von Salzsäure (Tabelle) 328.

Kaliumdichromat, Bestimmung von Sauerstoff 223.

Kaliumhydrogencarbonat, photometrische Bestimmung von Kieselsäure 221.

Kaliumjodid, Titration mit Kaliummetaperjodatlösung 34.

Kaliummetaperjodat, Reagens in der Maßanalyse 34.

Kaliumpermanganat, Bestimmung von Sauerstoff 223.

Kaliumpyroantimonatlösung, zur Imprägnierung von Filterpapier für die Papierchromatographie 120.

Kaliumrhodanid, Titration mit Kaliummetaperjodatlösung 34.

Kaninchen, Bestimmung von Chrom in Organen 457.

Karl-Fischer-Titration, neue Methodik 161.

Katalyse bei Redoxtitrationen 100.

Kathodenstrahlpolarograph 397; Verwendung zur Reinheitsprüfung von Ca-Metall 154.

Kationen, Halbstufenpotentiale in verschiedenen Acetatpufferlösungen 200.

Kautschuk, nephelometrische Bestimmung in Pflanzen 308; Bestimmung von Sauerstoff 237.

Kautschukkohlenwasserstoffe, Bestimmung in kautschukhaltigen Pflanzen 308.

Kernleder, Bestimmung von Tetrachlorhydrochinon 75.

Kesselspeisewasser, Bestimmung von gelöstem Sauerstoff 206; siehe auch Wasser.

Ketone, Nachweis als Dinitro-2,4-phenylhydrazone 46.

Kiesabbrand, Bestimmung des Schwefelgehaltes 380.

Kieselsäure, Einfluß auf die Al-Bestimmung 249; photometrische Bestimmung in Alkalien 221.

Kläranlagen, Bestimmung von mehrkernigen Kohlenwasserstoffen im Bodensatz von Kläranlagen 210.

Kleiderimprägnierungsmittel, Bestimmung von Benzylbenzoat und n-Butylacetanilid 311.

Knäckebrot, Al-Gehalt 251.

Kobalt, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; spektrophotometrische Bestimmung in Erzen als Kobaltsulfat 231; colorimetrische Bestimmung im Boden 235; Bestimmung in Wasser, technischen Produkten und Mineralien 152; in metallurgischen Produkten 225; photometrische Bestimmung mit Nitroso-R-Salz neben Eisen 152; polarographische Bestimmung in Stahl und Speziallegierungen 152; colorimetrische Bestimmung als Diäthyldithiocarbaminat in Nickel 220; Bestimmung in Nickelsulfat 61; Trennung

des Natriums von Kobalt durch Ionenaustausch 327; Trennung des Kaliums von Kobalt durch Ionenaustausch in Gegenwart von Salzsäure 328; Trennung des Kaliums von Kobalt durch Ionenaustausch 326; Nachweis von Zink neben Kobalt 136; Mikrobestimmung von Eisen neben Kobalt 398.

Kobalt(II), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 182.

Kober-Reagens zur Bestimmung von α-Oestradiol 460.

Körperflüssigkeiten, Methoden zur Bestimmung von Calcium 452.

Kohle, Bestimmung von Chlor 309; des Gesamtschwefels 309.

Kohlenasche, Bestimmung des Schwefelgehaltes 380.

Kohlenhydrate, Bestimmung durch Oxydation mit Dichromat 49.

Kohlenoxydhämoglobin, UR-spektroskopische Bestimmung im Blut 77.

Kohlensäure, Bestimmung in Wasser 202.

Kohlenstoff, konduktometrische Bestimmung in Metallen 158; Bestimmung in Berylliumcarbid 221; in Siliciumcarbid 223; in Titan 54; in Eisen 145; titrimetrische und colorimetrische Bestimmung im Boden 233; Bestimmung des organisch gebundenen Kohlenstoffs in Meerwasser 209.

Kohlenwasserstoffe, Untersuchungen binärer Gemische aromatischer, aliphatischer und naphthenischer Kohlenwasserstoffe 432; Bestimmung von flüssigen Kohlenwasserstoffen mit dem Interferometer 236; Bestimmung unverzweigter Kohlenwasserstoffe mittels Harnstoffeinschlußverbindungen 68; Bestimmung olefinischer Kohlenwasserstoffe in Luft 50; spektrophotometrische Bestimmung von mehrkernigen Kohlenwasserstoffen in Abwässern 210.

Kokereigase, Bestimmung von flüssigen Kohlenwasserstoffen 236.

Kombetin, Eignung als Puffer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

Komplexometrische Titrationen, Anwendung des Indicatorsystems nach Brown und Hayes 421; Bestimmung von Kupfer mit Chromazurol S als Indicator 275; von Ca neben Sr 132; Methoden zur Calciumbestimmung in Blutserum und Körperflüssigkeiten 452; Bestimmung von Barium 134; von Barium und Sulfat 380; von Zink 61; von Zink neben Uran 160; von Aluminium in Nichteisenlegierungen 213; von Zirkonium 364, 427; von Blei 29; in Nickelsulfat 61; von Wismut 40; von Sulfat 379; von Fluorid nach Fällung mit Calciumchlorid 385; von Wolfram als Ca-Wolframat in Mineralien 231; von Eisen mit Chromazurol S als Indicator 351; mit Variaminblau als Indicator 397; von Eisen im Boden 235.

Komplexon, Einfluß auf die amperometrische Titration verschiedener Kationen 199.

Kosmetische Zubereitungen, Bestimmung von Bactericiden 71.

Kotasche, Bestimmung von Chromoxyd 457.

Krysid, Bestimmung in Giftpillen 74; colorimetrische Bestimmung von α-Naphthylthioharnstoff in Krysid 74.

Kuhmilch, Unterscheidung von Büffelmilch im UV-Licht 294; siehe auch Milch.

Kunsthonig, polarographische Bestimmung von Oxymethylfurfurol 287.

Kunststoffe, polarographische Bestimmung von Phthalsäureestern 312.

Kupfer, Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 166; Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Abtrennung als Sulfid aus homogener Lösung 131; colorimetrische Bestimmung mit 2-Isatoximmethyläther 130; spektrophotometrische Bestimmung mit 1,10-Phenanthrolin durch Extraktion 399; in Erzen 225; papierchromatographische Bestimmung mit Hilfe des Dithizonates 121; potentiometrische Titration mit Kaliumcyanoferrat(II) 129; des 8-Oxychinolats mit Bromat 41; polarographische Bestimmung an der ruhenden Quecksilberelektrode 195; komplexometrische Bestimmung mit Indicatorsystem nach Brown und Hayes 423, 425; mit Chromazurol S als Indicator 275; heterometrische Bestimmung mit Oxin 126; Bestimmung in metallurgischen Produkten und Erzen 146; heterometrische Bestimmung in Legierungen 126; photometrische Schnellbestimmung in Weißmetall 153; po-

larographische Bestimmung in Calciummetall 154; photometrische Bestimmung in Tantal und -oxyd 156; photometrische Bestimmung in Germanium und Silicium 159; Bestimmung als Diäthyldithiocarbaminat in Nickel 220; in Nickelsulfat 60; mit Neocuproin in Getränken und Leitungswasser 285; in Bier 286; potentiometrische Bestimmung in Pariser Grün 130; spektrochemische Bestimmung in Schmierölen 63; photometrische Bestimmung in Benzin 63; Bestimmung in organischem Material 238; in Pflanzenmaterial 130; gleichzeitige Bestimmung von Kupfer und Eisen im Serum 458; Trennung des Natriums von Kupfer durch Ionenaustausch 327; Trennung des Kaliums vom Kupfer durch Ionenaustausch 328; elektrolytische Trennung von Ag, Cd und Zn 35; Abtrennung von Aluminium 244; colorimetrische Bestimmung von Vanadium neben Kupfer 140; Beseitigung der Störungen der Tellurbestimmung durch Kupfer 95.

Kupferacetylenid, Bestimmung neben anderen Verbindungen 61.

Kupferarsanilat, Arsenbestimmung 355.

Kupferlegierungen, Bestimmung von Silicium 218; von Eisen 153, 216.

Kupfer-Tellurlegierungen, Bestimmung von Tellur 212.

Kupferverbindungen, Bestimmung von Kupferacetylenid 61.

Kurzes Lehrbuch der pharmazeutischen Chemie, auch zum Gebrauch für Mediziner (Bodendorf) 313 [L].

Lackverdünnungsmittel, Untersuchung durch Adsorption von Fluorescenzindicatoren 312.

Lactose, papierchromatographische Bestimmung in Milch 292.

Lävatit, Verwendung bei der Bestimmung von Kalium und Natrium 128.

Lanthan, siehe Seltene Erden.

Lanthan(III), Bestimmung mit Äthylmethylpikrat 134.

Lebensmittel, Bestimmung von Aluminium 241; von Fluor in anorganischen Phosphaten der Lebensmittel 393; von Chlorid 208; photometrische Bestimmung von Benzaldehyd und Vanillin 279; chromatographische Trennung von Farbstoffen in Lebensmitteln 279, 282.

Lebensmittelchemie, Anwendung der Polarographie 279.

Lebensmittelfarbstoffe, elektrophoretische und chromatographische Trennung 281, 282.

Lecithinhaltige Erzeugnisse, Bestimmung von Fett 294.

Lecithinphosphorsäure, Bestimmung in Teigwaren 295.

Lecithinstickstoff, Bestimmung in Eierteigwaren 295.

Lederindustrie, Bestimmung des Fungicides Tetrachlorhydrochinon 74.

Legierungen, heterometrische Bestimmung von Kupfer 126; komplexometrische Bestimmungen von Zink neben Uran 160; Nachweis von Zinn 37; Bestimmung von Eisen 216; papierchromatographische Bestimmung von Nickel 144; siehe auch Blei-Tellurlegierungen, sowie Kupfer-Tellurlegierungen, Nichteisenlegierungen und Titanlegierungen.

Leitungswasser, Bestimmung von Kupfer 285; siehe auch Wasser.

Lichtgrün, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Lignin, Reaktion mit Kupfernitrat 439; Bestimmung in pflanzlichen Geweben 239.

Liköre, Bestimmung von Glycerin 283; reduzierender Zucker 284.

Limonade, Bestimmung von Kupfer 285.

Limonen, Bestimmung durch Verdrängung mit Äthylacetat oder Toluol 316.

Linolsäure, spektrophotometrische Bestimmung 300.

Lithium, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; elektrische Bestimmung auf Papierchromatogrammen 120; papierchromatographische Trennung als Citrat oder Sulfat von anderen Metallen 128; Trennung von Natrium und Kalium durch Ionenaustauscher 1.

Lösungsmittel, siehe organische Lösungsmittel.

Lorenz-Methode zur Bestimmung der Phosphorsäure 407.

Luft, Nachweis von Cyaniden 36; Bestimmung von Fluorid 392; Bestimmung olefinischer Kohlenwasserstoffe 50; von Schwefelkohlenstoff 51; von Diamin und Diaminsulfat 51.

Lysin, papierchromatographische Bestimmung 122; R_f-Wert 258; in Kupferlösungen 260; Abhängigkeit des R_f-Wertes vom Carboxylgehalt des Papiers 262.

Magensaft, Nachweis von Nicotin 319.

Magnesium, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Nachweis mit Monoazofarbstoffen 113, 264; heterometrische Bestimmung mit Oxin 126; Bestimmung in Natrium und seinen Verbindungen 211; in Titanmetall 156; in Chromerzen 230; spektrographische Bestimmung in Seewasser 206; flammenphotometrische Bestimmung in Geweben 449; Bestimmung mit Thiazolgelb in Pflanzen 306; Trennung des Natriums von Magnesium durch Ionenaustausch 327; des Kaliums von Magnesium durch Ionenaustausch in Gegenwart von Salzsäure 326, 328; von Beryllium als Phosphat 131; von Zink als Phosphat 131; Bestimmung der Alkalimetalle neben Magnesium durch Ionenaustausch 323; colorimetrische Bestimmung von Calcium neben Magnesium 132.

Malachitgrün, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Malzschrot, Al-Gehalt 251.

Mandelsäure, Reagens auf Zirkon 155, 363.

Mangan, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Funktion der Silber-Ionen bei der Oxydation mit Ammoniumpersulfat 27; Bestimmung in Ca-Metall 155; Trennung des Natriums von Mangan durch Ionenaustausch 327; des Kaliums von Mangan durch Ionenaustausch 326; Abtrennung von Aluminium 244; Bestimmung von Eisen in Mangan 217.

Mangan(II), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 178.

Manganerze, Bestimmung von Cu 146.

Massenspektrometrie, Bestimmung von Benzol, Cyclohexan und Methylcyclopentan in Erdölen 69.

Meerwasser, Bestimmung des organisch gebundenen Kohlenstoffs 209; siehe auch Wasser.

β-Mercaptopropionsäure, Reagens zur Nickelbestimmung 143.

Metalle, Bestimmung mit Bromtrifluorid 385; konduktometrische Bestimmung von Kohlenstoff 158; polarographische Bestimmung in Bleimennige 223; Bestimmung von Wolfram in hochlegierten Metallen 215.

Metalloxyde, Bestimmung von Sauerstoff 223.

Metallurgische Produkte, Bestimmung von Kobalt 225.

Methanol, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45; siehe auch Methylalkohol.

Méthodes d'analyse et de controle industriel des matières grasses (Wolff und Wolff) 145 [L].

Methoxylgruppen, Bestimmung 240.

Methyläthyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorat, Schmelzpunkt 437.

Methylalkohol, Nachweis in Aceton 46; von Formaldehyd in Methylalkohol 46; siehe auch Methanol.

Methylbutanol, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

Methyl-n-butyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorat, Schmelzpunkt 437.

Methylcycloheptan, massenspektrometrische Bestimmung in Erdöl 69.

Methylcyclohexan, Analyse des binären Gemisches mit Toluol 432.

Methylenblau, Eignung als Dämpfer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

Methylisobutyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorat, Schmelzpunkt 437.

Methylisobutylsulfid, Identifizierung 436.

Methylnitrat, Untersuchung mit dem Nitrometer nach Lunge 35.

Methylnitrit, Bestimmung neben Nitromethan 432.

p-Methylphenylarsinsäure, Arsenbestimmung 355.

2-Methyl-propanol-1, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

Methyl-n-propyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorat, Schmelzpunkt 437.

2-Methylpyrrol, Stickstoffbestimmung in Petroleumdestillaten 65.

Mikroanalyse, Methoden und Apparaturen 116.

Milch, Qualitätsbestimmung 291; Änderung der Trockensubstanz bei der Quarkbildung 291; Nachweis von Wasserstoffperoxyd 291; papierchromatographische Bestimmung von Lactose 292; Bestimmung der Alkalität der alkalischen Phosphatase 293; siehe auch Büffelmilch, sowie Gefriermilch und Kuhmilch.

Milcharten, Bestimmung des Säuregrades (Standardverfahren) 292.

Mineralien, Nachweis von Zinn 37; photometrische Bestimmung von Niob 369; Bestimmung von Vanadin 140; des oxydisch gebundenen Antimons 229; von Schwefel 230; von Fluor 395; von Wolfram 231; von Kobalt 152.

Mineralsäuren, Bestimmung in Fetten nach den DGF-Methoden 297.

Mises au point de Chimie Analytique pure et appliquée et d'Analyse Bromatologique (Gautier) 278 [L].

Molke, Bestimmung des Säuregrades (Standardverfahren) 292.

Molybdän, polarographische Bestimmung 39; Bestimmung mit 8-Oxychinolin in Gegenwart von Komplexon III 42; Nachweis mit Gossypol im Stahl 150; Fällung mit Ammoniumthiosulfat und Natriumhypophosphit in Stahl und Ferromolybdän 151; photometrische Bestimmung im Stahl 151; potentiometrische Bestimmung im Stahl 150; Bestimmung als Sulfid in Titanlegierungen 57; polarographische Bestimmung in Titanlegierungen 57; Bestimmung in Pflanzen 239; im Boden 234; Bestimmung des nutzbaren Molybdäns im Boden 235; papierchromatographischer Nachweis und Trennung von anderen Ionen 41; papierchromatographische Trennung von Vanadium 42; Bestimmung neben viel Wolfram 42; Trennung von Vanadin 42; von Wolfram durch Sublimation in Chlorwasserstoffatmosphäre 412, 414.

Molybdäntrioxyd, Sublimation im Chlorwasserstoffstrom 414.

Monazitsand, spektrophotometrische Bestimmung von Thorium 227.

Monochlorcyclohexanon, polarographische Bestimmung 439.

Monochlorcyclopentanon, polarographische Bestimmung 439.

Morphin, Bestimmung mit Antimonojodidreagens 317, 318; spektrophotometrische Bestimmung 320; Nachweis im Urin 77.

Morphinderivate, Nachweis im Urin 77.

Moste, Bestimmung von Glycerin 283.

Nahrungsmittel, Wasserbestimmung nach Karl Fischer 33; Bestimmung von Carbonylverbindungen 291.

Nahrungsmittelfarben, papierelektrophoretische und -chromatographische Trennung 281, 282.

Naphthene, Analyse binärer Gemische von aromatischen, aliphatischen und Naphthenkohlenwasserstoffen 432.

Naphthenische Kohlenwasserstoffe, Analyse binärer Gemische aromatischer, aliphatischer und naphthenischer Kohlenwasserstoffe 432.

Naphthenringe, Bestimmung der Zahl in Erdölfraktionen 69.

Naphthidin, Eignung als Redoxindicator 127.

Naphthidinsulfonsäure, Eignung als Redoxindicator 127.

Naphtholgrün, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

α-Naphthylthioharnstoff, colorimetrische Bestimmung in Krysid 74.

Narcotin, Eignung als Dämpfer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

Natrium, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Schnelltitration 128; flammenphotometrische Bestimmung 129; elektrische Bestimmung auf Papierchromatogrammen 120; flammenphotometrische Bestimmung in Zink-Cadmiumsulfidphosphoren 224; Bestimmung in Wasser durch Ionenaustausch 205; in einer biologischen Flüssigkeit 450; im Serum 449; flammenphotometrische Bestimmung in Geweben 449; Trennung von verschiedenen Metallen durch Ionenaustausch (Tabelle) 327; papierchromatographische Trennung als Sulfat oder Citrat von Lithium und Kalium 128; Trennung von Lithium und Kalium durch Ionenaustauscher 1; Bestimmung von K, Ca und Mg in Natrium 211; Bestimmung von Sauerstoff 210; von Natriummonoxyd in Natrium 210; siehe auch dodecylschwefelsaures Natrium sowie dodecylsulfonsaures Natrium.

Natriumaluminatlösung zum Imprägnieren von Filterpapier für die Papierchromatographie 120.

Natriumarsenitlösung, Imprägnierung von Filtrierpapier für die Papierchromatographie 120.

Natriumdioxy-3,4-azobenzolsulfonat-4', Reagens auf Germanium 362.

Natriumhydroxyd, photometrische Bestimmung von Kieselsäure 221.

Natriummonoxyd, Bestimmung in Natrium 210.

Natriumpenicillin G, Reagens zur Eisenbestimmung 396.

Natriumsilicatlösung zur Imprägnierung von Filtrierpapier für die Papierchromatographie 120.

Natriumtetraboratlösung, Imprägnierung von Filtrierpapier für die Papierchromatographie 120.

Natriumtetrathionat, Titration mit Kaliummetaperjodatlösung 34.

Natriumthiosulfat, Titration mit Kaliummetaperjodatlösung 34.

Natriumverbindungen, Bestimmung von K, Ca und Mg in Natriumverbindungen 211.

Naturprodukte, Wasserbestimmung nach Karl Fischer 33.

Neocuproin, siehe 2,9-Dimethyl-1,10-phenanthrolin.

Neodym, siehe Seltene Erden.

Neosalvarsan, Arsenbestimmung 355.

Neu-Coccin, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Neutralisationszahl, Bestimmung in Schmierölen 62.

Neutralrot, Eignung als Dämpfer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

Nichteisenlegierungen, komplexometrische Bestimmung von Al 213; siehe auch Legierungen.

Nichtwäßrige Flüssigkeiten, Bestimmung von Sauerstoff 236.

Nickel, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; gewichtsanalytische und colorimetrische Bestimmung mit α-Furyldioxim 144; colorimetrische Bestimmung mit β-Mercaptopropionsäure 143; papierchromatographische Bestimmung 143; amperometrische Bestimmung mit Cyclohexandiondioxim 144; komplexometrische Bestimmung mit Indicatorsystem nach Brown und Hayes 423, 425; heterometrische Bestimmung mit Dimethylglyoxim 124; papierchromatographische Bestimmung in Stählen und Legierungen 144; polarographische Bestimmung in Stahl und Speziallegierungen 152; Bestimmung in Nickelsulfat 60; in organischem Material 238; Trennung des Natriums von Nickel durch Ionenaustausch 328; des Kaliums von Nickel durch Ionenaustausch 326; Bestimmung von Kupfer in Nickel 220; von Eisen neben Nickel 217, 398; von Co in Ni 220.

Nickel(II), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 181.

Nickellegierungen, Bestimmung von Silicium 218; von Eisen 216.

Nickelsulfat, Analyse 60.

Nicotin, empfindlicher Nachweis 318.

Nicotinsäureamid, polarographische Untersuchung 297.

Nicotinsäurehydrazid, Titration in wasserfreiem Medium 50.

Niob, Bestimmungs- und Trennungsmethoden 375; Ausschüttelung als Fluorokomplex 373; colorimetrische Bestimmung als Thiocyanatkomplex 368; chromatographische Bestimmung 367; Nachprüfung der Hydrolyse und colorimetrischen Bestimmung durch radioaktive Indizierung 371, 372; colorimetrische Bestimmung in Stahl 148; in rostfreiem Stahl 376; in Titanlegierungen 55; in Mineralien 369; colorimetrische Bestimmung neben Tantal 370; in Tantal und Tantaloxyd als Rhodanid 367; spektrophotometrische Bestimmung neben Tantal 372; Bestimmung neben Tantal im Oxydgemisch 376; Trennung von Tantal durch Chlorierung 374, 375; durch Extraktion mit organischen Lösungsmitteln 374; von anderen Metallen durch Adsorption an Cellulose 373.

Niob(V), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 175.

Niobiumpentoxyd, Bestimmung von Sauerstoff 223.

Nioblegierungen, Bestimmung von Zinn 216.

Nioxim, siehe Cyclohexandiondioxim.

Nitramin, Bestimmung mit dem Nitrometer nach Lunge 35.

Nitrat, polarographische Bestimmung im pflanzenphysiologischen Versuch 456; spektrophotometrische Bestimmung in Plasma und Urin 455.

Nitrat-Nitritgemische, polarographische Bestimmung von Nitrit 39.

Nitratstickstoff, siehe Stickstoff.

Nitrit, Nachweis und photometrische Bestimmung mit Thioglykolsäure 187; colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen 38; polarographische Bestimmung 39; indirekte gravimetrische Bestimmung in Gegenwart anderer Ionen 38; colorimetrische Bestimmung in Wasser 206; polarographische Bestimmung in Nitrit-Nitratgemischen 39; Bestimmung in Pflanzenteilen 38.

Nitritstickstoff, siehe Stickstoff.

o-, m- und p-Nitrobenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Magnesium 114.

4-Nitro-2-brombenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Magnesium 114.

Nitrokörper zum Nachweis von Analgetica und Alkaloiden 314.

Nitrometer nach Lunge, Verwendbarkeit 35.

Nitromethan, Bestimmung von Methylnitrit neben Nitromethan 432.

o-Nitrophenylarsinsäure, Arsenbestimmung neben anderen Ionen 355, 356.

Nitrosamine, Bestimmung mit dem Nitrometer nach Lunge 35.

Novocain, Bestimmung als Tetraphenyloborat 314; papierchromatographische Bestimmung 442.

Nucleinsäuren, chromatographische und elektrophoretische Trennung von Purinen und Pyrimidinen aus Hydrolysaten von Nucleinsäuren 463.

Obstsäfte, Dehydracetsäurebestimmung 283.

Octachlorpropan zur Chlorierung von Niob und Tantal 374.

Öle, Bestimmung in Ölschiefer 61; Beurteilung des Frischezustandes 289; Bestimmung des Gehaltes in Flachssamen und Sojabohnen 297; in Ricinusbohnen 298; in Holzölprodukten 299; von Furfurol 71; siehe auch fette Öle sowie pflanzliche Öle.

Ölsäure, Eignung als Dämpfer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

Ölschiefer, Bestimmung des Ölgehaltes 61.

α-Oestradiol, colorimetrische Bestimmung in Mischungen von anderen Oestrogenen 459.

Oestrogene, quantitative papierchromatographische Trennung 460; colorimetrische Bestimmung von α-Oestradiol 459; fluorimetrische Bestimmung im Plasma 459; im normalen Harn 462; Trennung von natürlichen und künstlichen Oestrogenen mit umgekehrten Phasen 462.

Olefine, Schnellbestimmung in Extraktionsbenzinen 310.

Olefinische Kohlenwasserstoffe, siehe Kohlenwasserstoffe.

Opiumalkaloide, Entwicklungsverfahren zur papierchromatographischen Bestimmung 320.

Organe, Bestimmung von Chrom 457.

Organic Analysis (Mitchell, Kolthoff, Proskauer, Weissberger) 431 [L].

Organische Lösungsmittel zur Verwendung in der Polarographie 201.

Organische Peroxyde, Bestimmung von Wasserstoffperoxyd neben organischen Peroxyden 357; siehe auch Peroxyde.

Organische Polysulfide, siehe Polysulfide.

Organische Säuren, chromatographische Bestimmung in Tomatensaft 296.

Organische Substanzen, komplexometrische, heterometrische und nephelometrische Bestimmung von Schwefel als Sulfat 380, 381, 382.

Organische Sulfide, siehe Sulfide.

Organische Verbindungen, Bestimmung von Arsen 353; polarographische Feststellung der Struktur 200.

Orthoform, papierchromatographische Bestimmung 442.

Orthophosphat, papierchromatographische Abtrennung von Adenosinphosphaten in biologischem Material 79.

Orthoplumbat, Bestimmung in Bleimennige 223.

Oscillographische Polarographie, siehe Polarographie.

Osmium, Bestimmung neben anderen Platinmetallen 43.

Osmium(IV), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 184.

Oxalat, photometrische Titration 398.

Oxalate, Farbreaktionen 47.

m-Oxybenzaldehyd, Empfindlichkeit der Reaktion mit Dimedon 46.

o-, m- und p-Oxybenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Magnesium 114.

Oxycellulosen, Bestimmung der Carbonylgruppen 303.

Oxydationsbereitschaft, Bestimmung 289.

Oxyde, Bestimmung mit Bromtrifluorid 385.

Oxydische Einschlüsse, Bestimmung in Gußeisen und verschiedenen Stählen 146.

2-(2-Oxy-3,6-disulfo-1-naphthylazo)-phenylarsinsäure, Reagens auf Thorium 227.

Oxymethylfurfurol bei der Bestimmung von Pentosanen in Holzzellstoff 305; polarographische Bestimmung in Honig und Kunsthonig 287.

β-Oxynaphthoealdehyd, Empfindlichkeit der Reaktion mit Dimedon 46.

p-Oxyphenyl-1,4′-dioxy-3,4-azobenzol, Reagens auf Germanium 362.

17-(α)-Oxyprogesteron, R_f-Wert und Farbreaktion 80.

Oxyprolin, Identifizierung mit Hilfe der Mehrfachtauchmethode 118.

Palladium, photometrische Bestimmung mit β-Furfuraldoxim und p-Bromanilin 43; Bestimmung neben anderen Platinmetallen 43.

Palladium(II), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 183.

Pantocain, papierchromatographische Bestimmung 442.

Pantothensäure, polarographische Untersuchung 297.

Papier, Qualitätsbestimmung durch Reaktion auf Lignin 439.

Papierchromatographie, Arbeitstechnik 119; Anwendung des Ionenaustausches 122; Verwendung von Carboxylpapier 256; Möglichkeiten der Fällungschromatographie auf imprägniertem Filterpapier 119; Mehrfachtauchmethode zur Identifizierung verschiedener Stoffe 118; automatische Vorrichtung 121; Gerät für Trennungen 122; Registriergerät zur Messung der Lichtabsorption und Fluorescenz 120; Trennung verschiedener Dithizonate 121; Trennung von Li, K und Na 128; elektrometrische Messung der Lage von Zonen der Alkalimetalle 120; Lösungsmittelgemische zur Abtrennung von Germanium 361; Nachweis von Germanium mit Phenylfluoron 361; Bestimmung von Germanium(IV) 360; Identifizierung kleiner Mengen Hydroxylamin und Hydrazin 37; Bestimmung von Niob 367; Nachweis und Abtrennung des Molybdäns 41; Trennung von Mo und V 42; Bestimmung von Uran 384; Bestimmung von Nickel 143; fluorescenzanalytische Bestimmung von einwertigen Alkoholen 44; Bestimmung von organischen Peroxyden und Wasserstoffperoxyd 434; von Dilan 72; Trennung von DDT, HCH und E 605 73; von wasserlöslichen Teerfarbstoffen in Lebensmitteln 279; Schätzung des Äpfelsäuregehaltes von Wein 284; Bestimmung von Lactose in Milch 292; Nachweis von Alkaloiden auf Papierchromatogrammen 318; Trennung der Tropinalkaloide in vegetabilen Drogen 319; Analyse von Crataeguspräparaten 447; Entwicklungsverfahren zur Bestimmung von Opiumalkaloiden 320; Untersuchung von Mischungen von Coffein, Aspirin und Phenacetin 112; Nachweis von Adrenalin und seinen Zersetzungsprodukten 443; Trennung von Anaesthesin, Orthoform, Novocain und Pantocain 442; von ATP, ADP, AMP und anorganischem Orthophosphat 79; Nachweis von Phenylbrenztraubensäure im Harn 77; Trennung von oxydierten und reduzierten Pyridinnucleotiden 464; von Purin und Pyrimidin aus hydrolysierten Nucleinsäuren 463; der Oestrogene 460; von natürlichen und künstlichen Oestrogenen mit umgekehrten Phasen 462; siehe auch Chromatographie sowie Säulenchromatographie.

Papierelektrophorese, Transparenzphotometer zur Auswertung von Elektrophoresestreifen 123; Verwendung dünner Pappe an Stelle des Papiers

122; Trennung von Nahrungsmittelfarben 281; Nachweis der Zersetzung von Falicain 442; Trennung von Purinen und Pyrimidinen aus Nucleinsäuren 463; Trennung von Ribo- und Desoxyribonucleinsäure 464; siehe auch Elektrophorese.

Paraffine, Bestimmung unverzweigter Kohlenwasserstoffe 68; Analyse binärer Gemische von aromatischen, naphthenischen und Paraffinkohlenwasserstoffen 432.

n-Paraffine, Bestimmung als Harnstoffeinschlußverbindungen in pharmazeutischen Vaselinen 441.

Parathion, polarographische Bestimmung 72; colorimetrische Bestimmung in Tomaten 296.

Pariser Grün, potentiometrische Kupferbestimmung 130.

PAS-Natrium, Bestimmung von m-Aminophenol in PAS-Natrium 446.

Patentblau, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Pelleterin, Wanderweg in der Papierelektrophorese 282.

Pendiomid, siehe N-3-pentamethyl-N-N′-diäthyl-3-azopentylen-1,5-diammoniumbromid.

Pentacyanoeisenkomplexe, Reagens auf Thioharnstoff und Thiosemicarbazide 438.

Pentamethoniumbromid, Bestimmung mit Dipikrylamin 48.

N-3-pentamethyl-N-N′-diäthyl-3-azopentylen-1,5-diammoniumdibromid, Bestimmung mit Dipikrylamin 48.

Pentanol, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

Penthonium, siehe Pentamethoniumbromid.

Pentosane, Bestimmung in hochgereinigten Holzzellstoffen 305.

Perbenzoesäure, potentiometrische Bestimmung neben Benzoesäure 435.

Peroxyde, Bestimmung von organischen Peroxyden nach verschiedenen Methoden 433, 434; in Erdölprodukten 65.

Peroxydische Verunreinigungen, Bestimmung in Fetten nach den DGF-Methoden 297.

Peroxydzahl zur Beurteilung des Frischezustandes von Fetten und Ölen 289; Bestimmung unter Einsparung von Kaliumjodid 289.

Petroleum, UR-spektroskopische Bestimmung von Cyclohexan 70; Bestimmung von Sauerstoff 236.

Petroleumdestillate, Bestimmung von Stickstoff 64.

Petroleumfraktionen, polarographische Bestimmung von Schwefel und Schwefelverbindungen 66.

Pferdefett, Nachweis in Rinder- und Schweinefett 287.

Pflanzen, mikrovolumetrische Bestimmung von Kalium 237; Bestimmung von Magnesium 306; von Phosphorsäure 233; von Molybdän 239; von Fluor 307; von Kautschukkohlenwasserstoffen in kautschukhaltigen Pflanzen 308; nephelometrische Bestimmung von Gutta und Kautschuk 308.

Pflanzenextrakte, Bestimmung von Stickstoffverbindungen 306.

Pflanzenmaterial, colorimetrische Kupferbestimmung 130; Bestimmung von Fluor 394.

Pflanzenphysiologischer Versuch, Bestimmung von Nitrat 456.

Pflanzenteile, Bestimmung von Nitrit 38.

Pflanzliche Öle, Prüfung der Haltbarkeit mittels des Swift-Testes 288.

Pflanzliches Fett, Bestimmung der Neutralisations- und Verseifungszahl 63.

Pflanzliches Gewebe, Bestimmung von Lignin 239; siehe auch Gewebe.

p_H-Wert, Bestimmung im Boden mit der Glaselektrode 232.

Pharmazeutische Präparate, Bestimmung von Salicylsäure, Salicylamid und Gentisinsäure nebeneinander 446; papierchromatographischer Nachweis von Adrenalin 443.

Pharmazeutische Zubereitungen, Trennung von Cholin und Betain 443.

Phenacetin, papierchromatographische Bestimmung in Mischungen 112.

Phenol, Bestimmung durch UV-Absorption in Abwässern 209.

Phenolphthalein, Eignung als Dämpfer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

2-Phenyl-äthanol-1, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45,

NN-Phenyläthylharnstoff, Farbreaktion 111.

Phenylarsinsäure, Arsenbestimmung neben anderen Ionen 355, 356.

Phenylbrenztraubensäure, papierchromatographischer Nachweis im Harn 77.

Phenylfluoron, Reagens auf Germanium 361, 362.

N-Phenylharnstoff, Farbreaktion 111.

Phenylhydrazine, Nachweis der Carbonylgruppen in nitrosubstituierten Phenylhydrazinen 47.

o-Phenylphenol, spektrophotometrische Bestimmung mit Hilfe von Titansulfat 49; in gegerbtem Schafleder 49.

3-Phenyl-propanol-1, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

(9-Phenyl-2,3,7-trioxy-6-fluoron) zum papierchromatographischen Nachweis von Germanium 361.

Phloxin, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Phosgen, Bestimmung in Titantetrachlorid 60.

Phosphat, Bestimmung durch Ionenaustausch im Boden 233; Trennung von Aluminium 247.

Phosphatase, Bestimmung der Aktivität in Milch 293.

Phosphate, Bestimmung des Phosphatgehaltes nach der Lorenz-Methode und der Dioxanmethode 410.

Phosphatgesteine, spektrographische Bestimmung von Thorium und Seltenen Erden 226.

Phosphatide, Bestimmung in Fetten nach den DGF-Methoden 297.

Phosphid, Bestimmung in Handelsphosphiden 224.

Phosphor, Bestimmung als Molybdat 148; in Silicatgesteinen 228; in Germanium und Silicium 159; in Titanlegierungen 56; im Stahl 148; in biologischem Material 456.

^{32}Phosphor zur elektrophoretischen Trennung von Ribo- und Desoxyribonucleinsäure 464.

Phosphorsäure, Bestimmung nach der Lorenz-Methode 407; als Molybdat in Böden und Pflanzen 233; siehe auch Lecithinphosphorsäure.

Photoelektrische Fällungstitrationen, siehe heterometrische Titrationen.

Photometrische Trübungstitrationen, siehe heterometrische Titrationen.

Phthalsäureester, polarographische Bestimmung in Kunststoffen 312.

Pikrolonsäure zum Nachweis von Analgetica und Alkaloiden 314.

Pinen, Bestimmung durch Verdrängung mit Äthylacetat oder Toluol 316.

β-Piperidinoäthyl-4-propoxyphenylketonhydrochlorid, siehe Falicain.

Plasma, spektrophotometrische Bestimmung von Nitrat 455; fluorimetrische Bestimmung der Oestrogene 459; siehe auch biologisches Material.

Platin, Bestimmung neben anderen Platinmetallen 43.

Platin(II), Verhalten bei der potentiometrischen Titration mit Permanganat 142.

Platin(IV), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 185.

Polamidon, Nachweis in Postonalsuppositorien 442.

Polarographie, Anwendung in der analytischen Chemie 117; in der Lebensmittelchemie 279; auf dem Fettgebiet 297; potentiometrische Polarographie 199; einfache Anordnung zur oscillographischen Bestimmung von Halbstufenpotentialen 198; Abhängigkeit der Diffusionsstromstärke von der Geschwindigkeit der Spannungsänderung 198; Durchführung in organischen Lösungsmitteln 201; Auswertung des Polarogramms zweier Komponenten 202; Ersatz der Quecksilbertropfelektrode durch eine ruhende Quecksilberelektrode 195; Bestimmung einiger Metalle an der ruhenden Quecksilberelektrode 195; Versuche an ruhenden und rotierenden Platinelektroden 196; Verwendung einer rotierenden Platinelektrode in flüssigem Fluorwasserstoff 194; Verwendbarkeit einer vibrierenden Platinmikroelektrode 197; Verwendung von festen Gold-, Graphit-, Bleidioxyd- und Platin-Elektroden 196; Apparatur zur automatischen Registrierung der Konzentration von Metall-Ionen 200; Polarographiergefäß zum Arbeiten mit ruhender Quecksilberelektrode 195; Halbstufenpotentiale metallischer Kationen in verschiedenen Acetatpufferlösungen 200; Bestimmung von Wasserstoffperoxyd neben

organischen Peroxyden 357; von organischen Peroxyden und Wasserstoffperoxyd 434; metallischer Verunreinigungen im Calciummetall 154; Verhalten des Quecksilberkomplexonkomplexes 198; Bestimmung von Al in Titanlegierungen 213; von Germanium ohne vorherige Reduktion 359; Reduktionsstufen des vierwertigen Germaniums 360; Bestimmung kleiner Zinnmengen in verschiedenen Legierungen und Stahl 216; von Blei in Bleiseifen 302; in Gußeisen, Ferromangan und Pyritabbrand 219; in biologischem Material 455; Untersuchung von Bleimennige auf Verunreinigungen 223; Bestimmung von Zirkonium in Methanol als Lösungsmittel 363; Bestimmung von Nitrat im pflanzenphysiologischen Versuch 456; von Nitrit 39; von Antimon in Blei-Antimonlegierungen 160; von Sulfat 380; Fluorid in Wasser mit Kathodenstrahlpolarogramm 387; von Chlorid in biologischen Flüssigkeiten 458; von Molybdän neben viel Wolfram 42; von Eisen und Chrom nebeneinander 396; von Ni und Co in Stahl und Speziallegierungen 152; Unterscheidung der Struktur organischer Verbindungen 200; Bestimmung von Schwefel und Schwefelverbindungen in Petroleumfraktionen 66; von Äpfelsäure in Traubenmost und Wein 283; von Oxymethylfurfurol in Honig und Kunsthonig 287; von Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff nebeneinander 379; der Hydroperoxyde in Fettsäureestern 300; von Jodoso- und Jodobenzol 439; von Phthalsäureestern in Kunststoffen 312; des Parathions 72; von organischen Polysulfiden 437; von Monochlorcyclopentanon und Monochlorcyclohexanon 439; von Thioharnstoff 438; von Vitamin C in Arzneimittelgemischen 447; von Citral neben Citronellal in Citronell- und Pomeranzenöl 316; von Falicain 441; von 4-Acetaminobenzaldehydthiosemicarbazon 440.

Die Polyamide (Hopff, Müller und Wenger) 50 [L].

Polyamide, Bestimmung der endständigen Aminogruppen 236.

Polymere, Bestimmung bei der Hydrolyse der Cellulose 303.

Polysulfide, polarographische Bestimmung von organischen Polysulfiden 437; Bestimmung in Petroleumfraktionen 66.

Polytran, Nachweis 303.

Pomeranzenöl, polarographische Bestimmung von Citral neben Citronellal 316.

Portlandzement, Bestimmung von Aluminium 59.

Postonalsuppositorien, Nachweis von Polamidon 442.

Potentiometrie, Anwendung in der analytischen Chemie 117.

Pottasche, photometrische Bestimmung von Kieselsäure 221.

Praseodym, siehe Seltene Erden.

Pregnan-3(α), 20(α)-diol, R_f-Wert und Farbreaktion 80.

Pregnan-3(α),17(α),20(α)-triol, R_f-Wert und Farbreaktion 80.

5-Pregnen-3(β)-ol-20-on, R_f-Wert und Farbreaktion 80.

Propanol, R_f-Werte des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

n-Propyl-n-butyl-p-bromphenacylsulfoniumperchlorat, Schmelzpunkt 437.

Pufferlösungen nach Clark und Lubs 121.

Pumpernickel, Al-Gehalt 251.

Purine, papierchromatographische und papierelektrophoretische Trennung von Pyrimidinen aus hydrolysierten Nucleinsäuren 463.

Pyramidon, Bestimmung als Tetraphenyloborat 314.

Pyridin, Bestimmung in technischem 4-Äthylpyridin 313; Stickstoffbestimmung in Petroleumpyridin 65.

Pyridincarbonsäurehydrazide, Bestimmung nach verschiedenen Methoden 50.

Pyridinnucleotide, papierchromatographische Trennung von oxydierten und reduzierten Pyridinnucleotiden 464.

2-(2-Pyridyl)-benzimidazol, Reagens auf zweiwertiges Eisen 400.

2-(2-Pyridyl)-imidazolin, Reagens auf zweiwertiges Eisen 400.

Pyrimidine, papierchromatographische und papierelektrophoretische Trennung von Purinen aus hydrolysierten Nucleinsäuren 463.

Pyritabbrand, Bestimmung von Blei 219.

Quantum Chemistry (Pitzer) 32 [L].

Quaternäre Ammoniumbasen, gravimetrische Bestimmung mit Dipikrylamin 48.

Quecksilber, papierchromatographische Trennung mit Hilfe des Dithizonates 121.

Quecksilber(II), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 169.

Quecksilberkomplexonkomplex, Verhalten in der Polarographie 198.

Quercetin, Reagens auf Zirkon 365.

R-Säure, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Radiochemische Analyse, Kaliumbestimmung mit dem Geiger-Müller-Zählrohr 81; Bestimmung von Radium 135; Nachprüfung der colorimetrischen Bestimmung der Hydrolysebedingungen und der Ausschüttelung in organischen Lösungsmitteln von Niob und Tantal 371, 372, 374; Überprüfung der Ausschüttelung von Niob und Tantal als Fluorokomplexe 373; Überprüfung der Niobbestimmung im Stahl 376; ^{32}P zur Trennung von Ribo- und Desoxyribonucleinsäure 464.

Radium, Bestimmung durch Zählung der α-Teilchen 135.

Redoxtitrationen, Induktionen und Katalyse 100.

Repetitorium der Chemie, Teil I: Allgemeine Chemie (Remy) 32 [L].

Rhabarberdrogen, Analytik 447.

Rhaponticin, Bestimmung in Rhabarber 447.

Rhapontikrhabarber, Unterscheidung von Chinarhabarber 447.

Rhodamin 6G, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Rhodanid, Nachweis mit dem Kupferanilinkomplexkation 36.

Rhodium, Bestimmung neben anderen Platinmetallen 43.

Rhodium(III), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 183.

Ribonucleinsäure, papierelektrophoretische Trennung von Desoxyribonucleinsäure 464.

Ricinusbohnen, Qualitätsprüfung 298.

Rinderfett, Nachweis von Pferdefett 287.

Ringparaffine, Bestimmung als Harnstoffeinschlußverbindungen in pharmazeutischen Vaselinen 441.

Roggenmehl, Al-Gehalt 251.

Rohzink, Bestimmung von Sauerstoff 340.

Rotmost, Al-Bestimmung 250.

Rotwein, Al-Bestimmung 245, 250.

Ruthenium, Bestimmung neben anderen Platinmetallen 43.

Ruthenium(III), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 182.

Saccharose, Errechnung in zuckerhaltiger Schlagsahne 294.

Säulenchromatographie, Nachweis und Bestimmung organischer Säuren in Tomatensaft 296; Trennung von Oestrogenen zur Bestimmung von α-Oestradiol 459; siehe auch Chromatographie sowie Papierchromatographie.

Säuregrün, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Salicylamid, Bestimmung neben Salicylsäure und Gentisinsäure 446.

Salicyliden-o-aminophenol, Reagens auf Gallium 358.

Salicylsäure, spektralphotometrische Bestimmung 445; Bestimmung neben Salicylamid und Gentisinsäure 446.

Salze, Untersuchung schwer löslicher Salze durch Ionenaustausch 447.

Salzsäure, Bestimmung von Fluorid 388.

Samarium, siehe Seltene Erden.

Sauerstoff, Bestimmung mit 3,3-Dimethylnaphthidin 206; in Gasen, wäßrigen und nicht wäßrigen Flüssigkeiten 236; mit Hilfe von Mangan(II)-hydroxyd in Wasser 207; mit Doppelpipette in Wasser 207; in Natrium 210; in Zink, Cadmium und Blei 332; in den Oxyden seltener Metalle 223; in Titan nach der Vakuumschmelzmethode 56; in Eisen 145; in kohlenstoffhaltigen Stählen 146; in Kautschuk 237.

Schafleder, Bestimmung von o-Phenylphenol 49.

Schlacken, Bestimmung von Schwefel 230; von Eisen 231.

Schlagsahne, Analyse zuckerhaltiger Schlagsahne 294.

Schmelzflüsse, Bestimmung von Eisen 231.

Schmieröle, Bestimmung der Neutralisations- und Verseifungszahl 62.

Schwarzsand, Bestimmung von Thorium 228.

Schwefel, komplexometrische Bestimmung als Sulfat 380; Bestimmung in Alkalihydroxyden oder -carbonaten 58; des Schwefelgehaltes von Sulfaten 380; in Mineralien und Schlacken 230; in Eisen 378; durch Verbrennung 219; nephelometrische Bestimmung als Sulfat in organischen Substanzen 382; polarographische Bestimmung in Petroleumfraktionen 66; Bestimmung von elementarem Schwefel in Benzin 311; siehe auch Gesamtschwefel.

Schwefelkohlenstoff, Bestimmung in Luft 51; neben Schwefelwasserstoff 379.

Schwefelsäure, Bestimmung neben Essigsäure durch Messung der Leitfähigkeit 382.

Schwefelwasserstoff, Bestimmungsmethoden 377; Bestimmung durch Absorption in alkalischer Hypochloritlösung 378; neben Schwefelkohlenstoff 379.

Schweinefett, Nachweis von Pferdefett 287.

Seewasser, spektrographische Bestimmung von Ca und Mg 206; Bestimmung von Ammoniak 203; von Fluor 390; siehe auch Wasser.

Seide, Nachweis von Zinn in beschwerter Seide 37.

Seifen, Bestimmung von Bactericiden 71; in Fetten nach den DGF-Methoden 297; von Harzsäuren neben Fettsäuren 301.

Selen, photometrische Bestimmung von Tellur neben viel Selen 90.

Selen(IV), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 176.

Selenige Säure, Reagens zur Vanadiumbestimmung 329.

Selenite, Reaktion mit Schwermetallen 329.

Seltene Erden, spektrographische Bestimmung in Phosphatgesteinen 226; Bestimmung nach Abtrennung von Niob und Tantal 375.

Serum, Bestimmung von Natrium 449; Bestimmung von Calcium 450; flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 449, 450; flammenspektrophotometrische Bestimmung von Calcium 451; Fehlerbreite der flammenphotometrischen Ca-Bestimmung 451; spektrophotometrische Bestimmung von Eisen 459; gleichzeitige Bestimmung von Eisen und Kupfer 458; siehe auch biologisches Material.

Serumeisen, siehe Eisen.

Silber, Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 166; volumetrische Bestimmung in Blei mit Bromphenolblau als Indicator 159; papierchromatographische Trennung mit Hilfe des Dithizonates 121; elektrolytische Trennung von Cu, Cd und Zn 35; spektrochemische Bestimmung in Schmierölen 63.

Silber-Ionen, Funktion bei der Oxydation von Chrom und Mangan mittels Ammoniumpersulfat 27.

Silberlot, Analyse 35.

Silberrhodanid und Eisen(III)-salz, zum Nachweis von Halogen-Ionen 33.

Silicate, Mikrobestimmung von Aluminium 226; Nachweis von Gallium 358; photometrische Bestimmung von Germanium 362; colorimetrische Bestimmung von Arsen 229.

Silicatgesteine, Bestimmung von Phosphor 228.

Silicium, Bestimmung in Gegenwart von Borat 395; Bestimmung in Fluorsilicaten 395; mit Hilfe von Ionenaustausch im Glas 222; neben Zirkon in Aluminiumlegierungen 156; in Titanlegierungen 54; in Wolfram und Titan sowie deren Verbindungen 215; in Eisen-, Nickel- und Kupferlegierungen 218; in Blut und Gewebe 76; photometrische Bestimmung von Verunreinigungen 159.

Siliciumcarbid, Bestimmung von C 223.

Soda, photometrische Bestimmung von Kieselsäure 221.

Sodawasser, Bestimmung von Kupfer 285.

Sojabohnen, Schnellbestimmung des Ölgehaltes 297.

Solarreinblau XX, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Sommer-Test zur Bestimmung von Schwefel in Benzin 311.

Spartein, Bestimmung mit Antimonojodidreagens 317, 318.

Spektralanalyse, Bestimmung von Ca und Mg in Seewasser 206; von Barium neben anderen Elementen 134; Untersuchung der Trennung von Ba, Sr und Ca 135; Bestimmung von Blei in Zweigproben 306; von Hafnium in Zirkonium 366; von Thorium und Seltenen Erden in Phosphatgestein 226; von Niob und Tantal in den Oxyden 376; verschiedener Metalle in Schmierölen 63; von Chrom in Organen 457.

Speziallegierungen, polarographische Bestimmung von Ni und Co 152.

Sphalerit, Nachweis von Gallium 358.

Sprengstoffe, Wasserbestimmung nach Karl Fischer 33.

Stärke, Bestimmung durch Oxydation mit Dichromat 49; Schnellbestimmung in Weizennebenprodukten 304.

Stahl, Bestimmung oxydischer Einschlüsse 146; von Kupfer in Rohstahl und legierten Stählen 146; von Aluminium und Al-Nitrid in kohlenstoffhaltigen Stählen 147; von Zinn 216; von Blei 148; von Stickstoff 148; von Phosphor 148; von Niob in rostfreiem Stahl 376; von Nb, W und Ta 148; von Sauerstoff in kohlenstoffhaltigen Stählen 146; Molybdännachweis mit Gossypol 150; Fällung von Molybdän als Sulfid mit Ammoniumthiosulfat 151; photometrische Bestimmung von Molybdän 151; potentiometrische Bestimmung von Molybdän 150; papierchromatographische Nickelbestimmung 144; polarographische Bestimmung von Ni und Co 152; Bestimmung von Co 152.

Stickstoff, Bestimmung in Berylliumcarbid 221; in Zirkonium 158; in Stahl 148; in destillierten Erdölen 65; des Gesamtstickstoffs in Petroleumdestillaten 64; in Pflanzenextrakten 306; von Ammonium-, Amid-, Nitrit- und Nitrat-Stickstoff in Pflanzen 306; modifizierte Bestimmung nach Kjeldahl und colorimetrische Bestimmung des Pyrrolstickstoffs in Petroleumdestillaten 65; siehe auch Lecithinstickstoff.

Stickstoffverbindungen, Bestimmung im Tabak 309.

Stiphninsäure, Nachweis von Analgetica und Alkaloiden 314.

Strontium, photometrische Bestimmung 133; komplexometrische Bestimmung 380; von Ca neben Sr 132; spektrochemische Untersuchung der Trennung von Ba und Ca 135.

Strychnin, Bestimmung mit Antimonojodidreagens 317, 318; Eignung als Dämpfer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

Sulfanilamid, coulometrische Bestimmung mit Brom 440.

Sulfanilguanidin, coulometrische Bestimmung mit Brom 440.

Sulfanilsäure, coulometrische Bestimmung mit Brom 440.

Sulfat, indirekte Bestimmung 134; polarographische Bestimmung 380; komplexometrische Bestimmung 379, 380; Bestimmung durch heterometrische Titration 381.

Sulfate, Bestimmung des Schwefelgehaltes 380.

Sulfathiazol, coulometrische Bestimmung mit Brom 440.

Sulfid, colorimetrische Bestimmung 378; Bestimmung in Wasser 204.

Sulfid-Ion, Bestimmungsmethoden 377.

Sulfide, Bestimmung in Alkalihydroxyden und -carbonaten 58; bromometrische Bestimmung von organischen Sulfiden 435; Nachweis in Petroleum 67; siehe auch aliphatische Disulfide sowie aromatische Disulfide und Polysulfide.

Sulfite, Farbreaktionen 47.

o-, m- und p-Sulfobenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Magnesium 264.

The Sulphur Data Book (Tuller) 116 [L].

Superchrom Garnet Y zur colorimetrischen Bestimmung von Fluorid 390.

Superphosphat, Bestimmung des Schwefelgehaltes 380.

Swift-Test zur Prüfung der Haltbarkeit von pflanzlichen Ölen 288.

Systox, chromatographische Untersuchung 73.

Tabak, Bestimmung von Kalium 237; Bestimmung der stickstoffhaltigen Inhaltsstoffe 309.

Tabakauszüge, Nachweis von Nicotin 319.

Tafeln zum Bestimmen der Minerale nach äußeren Kennzeichen mit drei Hilfstafeln (v. Philipsborn) 31 [L].

Tantal, Ausschüttelung als Fluorokomplex 373; Bestimmungs- und Trennungsmethoden 375; Trennung von anderen Metallen durch Chlorierung mit Octachlorpropan 374; durch Adsorption an Cellulose 373; Nachprüfung der colorimetrischen Bestimmung und der Hydrolyse durch radioaktive Indizierung 371, 372; colorimetrische Bestimmung neben Niob 370; spektrophotometrische Bestimmung neben Niob 372; Bestimmung neben Niob im Oxydgemisch 376; Trennung von Niob durch Chlorierung 375; durch Ausschüttelung mit organischen Lösungsmitteln 374; UV-spektrophotometrische Bestimmung in Erzen 370; colorimetrische Bestimmung im Stahl 148; colorimetrische Bestimmung von Niob in Tantal 367; photometrische Bestimmung von Fe, Cu und Ti in Tantal 156.

Tantalcarbid, Bestimmung von Zinn 216.

Tantallegierungen, Bestimmung von Zinn 216.

Tantaloxyd, Bestimmung von Sauerstoff 223; von Niob in Tantaloxyd 367; von Fe, Cu und Ti 156.

Tartracin, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Tebethion, polarographische Bestimmung 440.

Teepol, Verwendung zur Untersuchung des Stärkegehaltes von Weizenprodukten 304.

Teepollösung zur Untersuchung von Schlagsahne 294.

Teerfarbstoffe, papierchromatographische Trennung in Lebensmitteln 279.

Teigwaren, Bestimmung des Eigehaltes 295.

Tellur, photometrische Bestimmung mit Thioharnstoff 191; Beseitigung der Störungen der Bestimmung durch verschiedene Elemente 95; Einfluß von Antimon auf die Tellurbestimmung 94; photometrische Bestimmung neben großen Mengen Selen 90, (Tabelle) 99; photometrische Bestimmung in Kupfer-Tellurlegierungen 212; colorimetrische Bestimmung in Blei-Tellurlegierungen 212.

Tellur(IV), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 177.

Tellurdioxyd, Bestimmung von O 223.

Temperguß, Bestimmung von Chrom 149.

Testosteronpropionat, Eignung als Dämpfer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

Tetraäthylammoniumbromid, Bestimmung mit Dipikrylamin 48.

Tetraäthylblei, Nachweis in Benzin 64.

Tetrachlorhydrochinon, colorimetrische Bestimmung 74.

Tetrahydrofuran, Bestimmung in wäßrigen Lösungen 272.

Tetranium, siehe Tetraäthylanmoniumbromid.

Tetraoxy-3,4,3′,4′-dibenzolbenzidin, Reagens auf Germanium 362.

Tetraphenylharnstoff, Farbreaktion 111.

Tetraphenyloborate zur maßanalytischen Bestimmung von Arzneimitteln 314.

Thallium, Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 171; polarographische Bestimmung an der ruhenden Quecksilberelektrode 195; Beseitigung der Störungen der Tellurbestimmung durch Thallium 95; Nachweis in biologischem Material 453.

Thenylen, colorimetrische Bestimmung 444.

Thephorin, colorimetrische Bestimmung 444.

Theophyllin, UV-spektrophotometrische Bestimmung 318.

Thioäther, siehe Dialkylsulfide.

Thiocyanat, Titration mit Cer(IV)-sulfatlösung 383.

2,2-Thio-bis(4,6-dichlorphenol), Bestimmung in kosmetischen Zubereitungen 71.

Thioglykolsäure, Reagens zur Nitritbestimmung 187.

Thioharnstoff, Farbreaktion mit Hilfe von Pentacyanoeisenkomplexen 438; polarographische Bestimmung 438.

Thiole, Bestimmung von Disulfiden neben Thiolen 68; siehe auch aliphatische und aromatische Thiole.

Thiophene, Nachweis in Petroleum 67.

Thiosemicarbazide, Farbreaktion mit Hilfe von Pentacyanoeisenkomplexen 438.

Thorin, siehe 2-(2-Oxy-3,6-disulfo-1-naphthylazo)-phenylarsinsäure.

Thorium, Reaktion mit Seleniten 329; Bestimmung nach Abtrennung von Niob und Tantal 375; in Schwarzsand 228; spektrographische Bestimmung in Phosphatgesteinen 226; spektrophotometrische Bestimmung in Monazitsand 227; siehe auch Seltene Erden.

Thorium-Chromurazol-S-lösung, zur spektrophotometrischen Bestimmung von Fluorid 392.

Thoriumnitratlösung, Reagens zur Fluorbestimmung 394.

Thoron, Reagens auf Zirkon 365.

Thymin, R_f-Wert und elektrophoretischer Wanderweg 463.

Thymus vulgaris, Bestimmung von ätherischen Ölen 315.

Tibion, polarographische Bestimmung 440.

Tierisches Fett, Bestimmung der Neutralisations- und Verseifungszahl 63.

Tinctura Stramonii, Gehaltsbestimmung 320.

Titan, Nachweis mit Quercetin 140; Bestimmung nach Abtrennung von Niob 375; photometrische Bestimmung in Tantal und Tantaloxyd 156; Bestimmung in Titanmetall 55; von Mg und Al in Titanmetall 156; von Kohlenstoff 54; von Silicium in Titan 215.

Titancarbid, Bestimmung von Silicium 215.

Titandioxyd, Bestimmung von Sauerstoff 223.

Titanlegierungen, Bestimmung von Calcium 52; von Bor 52; colorimetrische Bestimmung von Aluminium 53; polarographische Bestimmung von Aluminium 213; Bestimmung von Kohlenstoff und Silicium 54; von Phosphor 56; von Niob 55; colorimetrische Bestimmung von Chrom 56; Bestimmung von Molybdän als Sulfid 57; polarographische Bestimmung von Molybdän 57.

Titanmetall, Bestimmung von Titan 55; von Sauerstoff 56.

Titansulfatmethode zur Bestimmung von organischen Peroxyden und Wasserstoffperoxyd 434.

Titantetrachlorid, Bestimmung von Phosgen 60.

Titrationen in kontrollierter Atmosphäre, Apparatur 33.

Titrationen in nicht wäßrigen Lösungen, Gerät für potentiometrische Titrationen in Eisessiglösung 123; Titrationen in wasserfreier Essigsäure 123; Bestimmung von Nicotinsäurehydrazid 50.

Titrationen zur maximalen Trübung, siehe heterometrische Titrationen.

Titrationszahl zur Bestimmung des Eigehaltes in Teigwaren 295.

Toluidinblau, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

1,2-Toluidin-4,6-dimercuriacetat(III), Reagens auf Cyan-Ionen 35.

Toluol, Analyse des binären Gemisches mit n-Heptan sowie Methylcyclohexan 432; als Verdrängungsmittel zur Bestimmung von Pinen und Limonen 316.

o-, m- und p-Tolylazo-α-naphthol zum Nachweis von Mg 114.

Tomaten, colorimetrische Bestimmung von Parathion 296.

Tomatenmark, Al-Gehalt 251.

Tomatensaft, Nachweis und Bestimmung von organischen Säuren 296.

Transformatorenöl, Bestimmung der Feuchtigkeit nach Karl Fischer 33.

Traubenmost, Al-Bestimmung 245; polarographische Bestimmung von Äpfelsäure 283.

Trennsäule, automatische Trennsäule für die analytische Praxis 342.

Tribenzylamin in Chloroform oder Methylenchlorid, Extraktionsmittel zur Trennung von Niob und Tantal 374.

2,4,6-Tribrombenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Mg 114.

3,4,6-Trichlorbenzolazo-α-naphthol zum Nachweis von Mg 114.

α,β,β-Trihalogenalkyläther, Nachweis und Bestimmung 432.

Trimethylenglykol, Bestimmung in Glycerin 296.

2,5,5-Trimethyl-2-hexylhydroperoxyd, polarographische Untersuchung 358.

Trinitrophloroglucin zum Nachweis von Analgetica und Alkaloiden 314.

Trinkwasser, Bestimmung von Fluor 390; siehe auch Wasser.

Trioxy-2,3,4-triphenylcarbinol, Reagens auf Germanium 362.

Triphenylharnstoff, Farbreaktion 111.

Triphenylmethylarsoniumthiocyanat, Reagens zur Mikrobestimmung von Eisen 398.

Triphenyltetrazoliumchlorid, Sprühreagens zur Erkennung von Lactose 292.

Triterpenalkohole, Bestimmung in Wollfett 303; in Wollwachs 302.

Trockensubstanz von Milch, Veränderungen bei Quarkbildung 291.

Trockenwein, Bestimmung reduzierender Zucker 285.

Tropasäureester, colorimetrische Bestimmung 320.

Tropinalkaloide, papierchromatographische Trennung 319.

Tylose, Eignung als Dämpfer bei polarographischen Untersuchungen in organischen Lösungsmitteln 201.

Tyrosin, papierchromatographische Identifizierung nach der Mehrfachtauchmethode 118.

Ultrarotspektrographie, Bestimmung von Aromaten in Erdölfraktionen 70; Untersuchung von gesättigten und ungesättigten Fettsäuren sowie gesättigten und ungesättigten aliphatischen Estern 47; Bestimmung von Cyclohexan in Petroleum 70; Spektra von Epoxyverbindungen 433.

Unlösliches, polarographische Bestimmung in Calciummetall 155; in Bleimennige 223; Bestimmung in technischem Nickelsulfat 60.

Unverseifbares, Bestimmung in Fetten nach den DGF-Methoden 297.

Uracil, R_f-Wert und elektrophoretischer Wanderweg 463.

Uran, mikrochemischer Nachweis mit Oxin 383; volumetrische Bestimmung mit Dichromatlösung 383; papierchromatographische Bestimmung 384; Bestimmung neben Niob und Tantal 375; komplexometrische Bestimmung von Zink neben Uran 160; Bestimmung von Cer in Uran 214.

Uran(VI), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminats in der Analyse 178; Nachweis mit Quercetin 140; heterometrische Titration mit Dinatriumphosphatlösung und mit Cyanoferrat-(II)-lösung 384.

Urin, Bestimmung von Calcium 450; flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 450; Fehlerbreite der flammenphotometrischen Ca-Bestimmung 451; spektrophotometrische Bestimmung von Nitrat 455; Bestimmung von Fluorid 392; Nachweis von Morphin und Morphinderivaten 77; Bestimmung von Glutaminsäure 78; siehe auch Harn.

Valerianaldehyd, Empfindlichkeit der Reaktion mit Dimedon 46.

Vanadinpentoxyd, Bestimmung von O 223.

Vanadium, Nachweis mit Quercetin 140; Überprüfung von Reaktionen des vierwertigen Vanadins 139; volumetrische Bestimmung 141; Bestimmung mit Hilfe von seleniger Säure 329; photometrische Bestimmung mit Hilfe von Brenzcatechin 140; Trennung des Natriums von Vanadium durch Ionenaustausch 327; des Kaliums von Vanadium durch Ionenaustausch 326; colorimetrische Bestimmung und Trennung von Kupfer mit Kupferron 140; Trennung von Molybdän 42; papierchromatographische Trennung von Molybdän 42; Bestimmung in Wasser 203; in Erzen und Mineralien 140; von Eisen in Vanadin 217.

Vanadium(V), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 175.

Vanille, Nachweis von Vanillin 46.

Vanillin, Nachweis in Vanille 46; photometrische Bestimmung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon in Lebensmitteln 279.

Variaminblau, Indicator bei der komplexometrischen Eisentitration 397.

Vaseline, Bestimmung von n-Paraffinen, Iso- und Ringparaffinen 441.

Vegetabile Drogen, papierchromatographische Trennung der Tropinalkaloide 319; siehe auch Drogen.

Verbrennungsofen, neuer Verbrennungsofen für die Elementaranalyse 321.

Verreibemethode, Verwendung zum Wismutnachweis 39.

Verseifungszahl, Bestimmung in Schmierölen 62.

Verunreinigungen, polarographische Bestimmung in Calciummetall 154; photometrische Bestimmung in Germanium

und Silicium 159; Bestimmung in Fetten nach den DGF-Methoden 297.

Vitamin C, polarographische Bestimmung in Arzneimittelgemischen 447; siehe auch Ascorbinsäure.

Vitamine, polarographische Untersuchung 297.

Vollkornbrot, Al-Gehalt 251.

Wachs, Bestimmung der Neutralisations- und Verseifungszahl in verschiedenen Wachsen 63.

Wäßrige Flüssigkeiten, Bestimmung von Sauerstoff 236.

Walnußkerne, Al-Gehalt 251.

Wasser, Analyse durch Ionenaustausch 205; Bestimmung mit Karl-Fischer-Lösung 32; im Boden 232; in Transformatorenöl nach Karl Fischer 33; nach den DGF-Methoden in Fetten 297; in Honig 286; in biologischem Material 448; von Natrium durch Ionenaustausch 205; von wenig Kohlensäure 202; von Nitrit 206; von Vanadin 203; von Sauerstoff in Speisewässern von Hochdruckkesselanlagen 207; mit der Doppelpipette 207; des Sulfidschwefels 204; von Fluorid 392; polarographische Bestimmung von Fluorid 387; von freiem Chlor 205; von Chlorid 208; von Kobalt 152; siehe u. a. auch Abwasser, sowie Feuchtigkeit, Jodquellwasser, Kesselspeisewasser, Meerwasser und Seewasser.

Wasserstoffperoxyd, Bestimmung nach verschiedenen Methoden 434; mit Kaliumhexacyanoferrat(III) 357; colorimetrische Bestimmung neben Chromat 357; polarographische Bestimmung neben organischen Peroxyden 357; jodometrischer Nachweis in Milch 291.

Wein, papierchromatographische und polarographische Bestimmung von Äpfelsäure 283, 284; Bestimmung reduzierender Zucker 284.

Weißbrot, Al-Gehalt 251.

Weißmetalle, Aufschluß mit Chlor 152; Schnellbestimmung von Kupfer 153.

Weißmost, Al-Bestimmung 250.

Weißwein, Al-Bestimmung 245.

Weizenmehl, Al-Gehalt 251.

Weizennebenprodukte, Schnellbestimmung von Stärke 304.

Wismut, qualitative Reaktionen (Verreibemethode) 39; Nachweis mit Quercetin 140; Fällung mit Arsanilsäure 347; papierchromatographische Bestimmung mit Hilfe des Dithizonates 121; komplexometrische Bestimmung 40; mit dem Indicatorsystem nach Brown und Hayes 426; potentiometrische Titration des 8-Oxychinolats mit Bromat 41; polarographische Bestimmung an ruhender Quecksilberelektrode 195; colorimetrische Bestimmung neben viel Blei 40; Beseitigung der Störungen der Tellurbestimmung durch Wismut 95.

Wismut(III), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 175.

Wismutphosphat, Bestimmung von O 223.

Wofatit F zur Trennung von Alkali-Ionen 4.

Wofatit K zur Bestimmung von Si in Glas 222.

Wofatit KPS 200 zur Trennung von Alkali-Ionen 3.

Wofatit KS, Verwendung bei der Bestimmung von Kalium und Natrium 128.

Wofatit L 150, zur Trennung verschiedener Metall-Ionen 22.

Wolfram, colorimetrische Bestimmung 373; indirekte komplexometrische Bestimmung in Mineralien 231; colorimetrische Bestimmung im Stahl 148; Bestimmung als Wolframsäure mit Rivanol in hochlegierten Metallen 215; Trennung von Molybdän durch Sublimation in Chlorwasserstoffatmosphäre 412; Bestimmung von Silicium 215; von Zinn 216; von Molybdän neben viel Wolfram 42.

Wolframate, Bestimmung von Silicium 215.

Wolframcarbid, Bestimmung von Silicium 215; von Zinn 216.

Wolframerze, Bestimmung von Kupfer 146; von Zinn 216.

Wolframlegierungen, Bestimmung von Zinn 216.

Wolframoxyd, Bestimmung von Silicium 215; von Sauerstoff 223.

Wolframtrioxyd, Sublimation im Chlorwasserstoffstrom 414.

Wollblau SB, Wanderweg in der Papierelektrophorese 281.

Wollfett, colorimetrische Bestimmung von Cholesterin und Triterpenalkoholen im Unverseifbaren 303.

Wollwachs, spektrophotometrische Bestimmung von Cholesterin und Triterpenalkoholen 302.

X-Ray Diffraction Procedures for Polycristalline and Amorphous Materials (Klug und Alexander) 32 [L].

Xanthin, R_f-Wert und elektrophoretischer Wanderweg 463.

Ytterbium, siehe Seltene Erden.

Yttrium, siehe Seltene Erden.

p-Zimtaldehyd, Empfindlichkeit der Reaktion mit Dimedon 46.

Zimtalkohol, R_f-Wert des 3-Nitrophthalates und Diphenates 45.

Zink, Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 168; Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Fällung mit Salicylaldoxim 137; photometrische Bestimmung mit Indo-oxin 136; nephelometrische Bestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 137; papierchromatographische Trennung mit Hilfe des Dithizonates 121; polarographische Bestimmung an der ruhenden Quecksilberelektrode 195; komplexometrische Bestimmung mit Indicatorsystem nach Brown und Hayes 423, 425; heterometrische Bestimmung mit Chinaldinsäure 126; Nachweis neben Kobalt mit Quecksilberrhodanid 136; komplexometrische Bestimmung neben Uran 160; Trennung des Natriums von Zink durch Ionenaustausch 328; des Kaliums von Zink durch Ionenaustausch 326; von Magnesium als Phosphat 131; elektrolytische Trennung von Ag, Cu und Cd 35; Bestimmung in Nickelsulfat 61; in Böden 311; in organischem Material 238; in biologischem Material 75; nephelometrische Bestimmung im Blut 75; Bestimmung von Sauerstoff in Zink 332; von Eisen in Zink 217.

Zink-Cadmiumsulfid-Phosphore, flammenphotometrische Bestimmung von Na und K 224.

Zinkdibenzyldithiocarbaminat, Reagens zur Kupferbestimmung 286.

Zinkphosphid, Bestimmung von Phosphid 224.

Zinn, Verhalten an einem Anionenaustauscher in salzsaurer Lösung 17; Reaktion mit Morin 36; Nachweis in Mineralien, Legierungen und Zinnsalzen 37; volumetrische Bestimmung in metallischem Zinn sowie Legierungen 157; Bestimmung in verschiedenen Legierungen und Stahl 216; spektrochemische Bestimmung in Schmierölen 63.

Zinn(II), Nachweis mit Quercetin 140.

Zinn(IV), Verwendbarkeit des Diäthyldithiocarbaminates in der Analyse 172.

Zinn(II)-chlorid, Titration mit Kaliummetaperjodatlösung 34.

Zinn(II)-chloridmethode zur Bestimmung von organischen Peroxyden und Wasserstoffperoxyd 434.

Zinnlegierungen, Bestimmung von Zinn 157.

Zinnmetall, Bestimmung von Zinn 157.

Zinnsalze, Nachweis von Zinn 37.

Zirkonium, Reaktion mit Seleniten 329; Nachweis mit Morin 363; mit Quercetin 140; Mikrobestimmung mit Quercetin 365; gravimetrische Bestimmung mit Benzilsäure 364; colorimetrische Bestimmung mit Thoron 365; volumetrische Bestimmung 364; polarographische Bestimmung in Methanol als Lösungsmittel 363; komplexometrische Titration 364, 427; Bestimmung mit Mandelsäure und deren Derivaten 363; Bestimmung mit Mandelsäure in Al-Legierungen 155; gleichzeitige Bestimmung mit Silicium in Al-Legierungen 156; Bestimmung in Zirkontetrachloridlösungen 430; Trennung von Hafnium durch Ionenaustausch 367; spektrographische Bestimmung von Hafnium in Zirkonium 366; Bestimmung von Stickstoff in Zirkonium 158.

Zirkontetrachlorid, komplexometrische Bestimmung von Zirkonium 430.

Zucker, Mikrobestimmung reduzierender Zucker 48; Bestimmung reduzierender Zucker in Weinen und Likören 284.

Zweige, spektrographische Bestimmung von Blei 306.